

令和2年度

宮城県産業技術総合センター研究報告

The Annual Research Report of Industrial Technology Institute, MIYAGI Prefectural Government

No.18

2021年8月発行

宮城県

MIYAGI Prefectural Government

目次

【研究論文】

1 デジタルエンジニアリング技術活用によるヘルスケア製品の高度化	1
篠塚 慶介, 伊藤 利憲, 益田 佳奈	
2 耐熱合金の精密加工技術開発	7
渡邊 洋一, 家口 心, 吉川 穰, 久田 哲弥	
3 ショットガス吹き付け方式を用いたガス濃度測定	
— 金属酸化物多孔質体を応用したガスセンサの開発 —	17
阿部 宏之, 岩田 一樹, 馬 騰, 但木 大介, 平野 愛弓, 木村 康男, 庭野 道夫	
4 IoT を用いたモノづくり工程管理高度化のための要素技術開発	23
中居 倫夫, 小野 仁, 今井 和彦, 荒木 武, 小泉 協, 高野 寛己, 林 正博, 高田 健一, 沼山 崇, 坂下 雅幸, 佐藤 裕高	
5 マルチマテリアルを支える異種接合界面の評価技術に関する検討	45
佐藤 勲征, 四戸 大希	

【短報】

1 プリンテッドデバイス作製技術研究	49
小松 迅人, 高田 健一	
2 先端解析技術を活かした材料物性と組織の研究	53
曾根 宏, 浦 啓祐, 遠藤 崇正, 伊藤 桂介	
3 次世代耐熱・耐摩耗性被膜の開発	57
大山 礼, 阿部 一彦, 宮本 達也, 水上 浩一, 鈴木 鋭二	
4 気象積雪条件による滑雪塗料の機能発現機構の解明に関する研究	
— 素材先端技術活用推進事業 —	61
今野 奈穂, 四戸 大希, 佐藤 勲征	

5 次世代素材活用推進事業	65
遠藤 崇正, 今野 奈穂, 四戸 大希, 佐久間 華織, 推野 敦子, 佐藤 勲征	
6 機能性油脂を保持したかまぼこの長期保存技術の開発	
— 地域特産物の特性制御技術の検討 —	69
佐藤 信行, 大坂 正明, 畑中 咲子	
7 減塩味噌の製造プロセスの検討	
— 地域特産物の特性制御技術の検討 —	75
羽生 幸弘, 浅野 壮宏, 畑中 咲子	
8 宮城マイ酵母保存株の特性評価	
— 清酒製造技術の高度化 —	79
吉村 緑	

【ノート】

1 感性分析「9 イメージ分類法」に基づく商品開発の調査研究	83
益田 佳奈, 篠塚 慶介, 伊藤 利憲	
2 深層学習を用いた物体認識技術の高度化	87
高野 寛己, 小泉 協, 小野 仁	
3 無線温度測定システムを用いた恒温恒湿槽の温度性能の評価	91
林 正博, 小野 仁, 阿部 宏之	
4 機能材料中の軽元素化合物がもたらす材料特性向上・劣化に関する研究	97
伊藤 桂介, 浦 啓祐, 曾根 宏, 今野 政憲	
5 分析支援業務のさらなる高度化	99
遠藤 崇正, 鈴木 鋭二	
6 食品の香気分析・香り評価に関する技術調査	101
羽生 幸弘, 大坂 正明, 浅野 壮宏	

【研究論文】

【研究論文】

【平成31年度～令和2年度 県単研究】

デジタルエンジニアリング技術活用によるヘルスケア製品の高度化

篠塚 慶介, 伊藤 利憲, 益田 佳奈
企画・事業推進部

少子高齢化社会が社会に及ぼす影響は先進国が抱える大きな共通問題の一つとされている。日本では、このような社会的背景を元に、医療や介護・福祉を含む産業を「ヘルスケア産業」とし、経済成長の要の一つとして位置づけている。

宮城県では、平成25年度より、薬機法に抵触しない範囲で医療現場のニーズを収集し、県内企業の製品開発と市場参入を後押ししてきた。しかし、開発した製品は医療機関から一定の評価を得たものの、「市場規模と量産効果のミスマッチング」により、商品化を断念するケースが少なくなかった。

そこで、デジタルエンジニアリング技術、特に高付加価値小ロット生産に適したDDM(ダイレクトデジタルマニュファクチャリング)技術に着目し商品化に至るプロセスも含めた研究開発を進める事とした。本研究ではヘルスケア製品の開発を最終目標とし、DDMに最適な材料選定に係る研究、3Dプリンターに特化した設計技術の研究、ヘルスケア現場でのニーズ調査をもとにした製品開発とビジネスモデルの構築を行った。

キーワード:ヘルスケア産業, DDM(ダイレクトデジタルマニュファクチャリング)

1 緒言

世界的に高齢化が進む中で、ヘルスケア産業の国内市場規模は2016年の時点で約25兆円、2025年には約33兆円になると推計されている(経済産業省調べ¹⁾)。

宮城県でも、高度電子機械産業振興協議会(高度電子機械市場における取引の創出・拡大を目指す県内企業を会員とした団体²⁾)。以下、「高電協」と略記)と連携して、県内中小企業の医療関連産業参入をめざし様々な支援を続けている。これらの支援は医療現場からのニーズ収集や県内企業への情報提供・技術マッチングをはじめ、開発助成や医療セミナーの開催など多岐にわたっている。

過去の研究(「コ・メディカルニーズマッチングによる製品開発(H25～H26)」「ヘルスケア現場ニーズ呼応型技術開発(H27～H28)」「医療販社との連携による提案型コ・メディカル製品開発(H29～H30)」)では、各医療機関や医療販社からニーズ収集を行うと共に、密なネットワークを構築し、県内企業の製品開発と市場参入を後押ししてきた。

開発した製品は医療機関から一定の評価を得たものの、想定される市場規模が小さく、商品化を断念したケースも少なくなかった。

そこで、本研究では「市場規模と量産効果のミスマッチング」を解決する手法として、デジタルエンジニアリン

グ技術、特に高付加価値小ロット生産に適したDDM(ダイレクトデジタルマニュファクチャリング)技術に着目し研究を進めていくこととした。

2 DDM技術について

DDM技術とは、3D-CADなどで設計した形状のデジタルデータを基に、3Dプリンターや多軸加工機などで、最終形状をダイレクトに(直接)製造する手法である。生産体制の構築にコストがかかる大量生産技術と比較し、初期コストを低く抑えられ、従来工法では作ることができなかった複雑形状の製造も得意としている。ただし、量産によるスケールメリットが小さいというデメリットもある。

以上の理由から、宇宙・航空機産業や医療・福祉分野などの高付加価値且つ少量多品種生産が必要とされる市場での活用が特に期待されている技術である。

本研究では、DDM技術に適した材料の選定と造形実験、設計技術の検証、ニーズに基づいた製品試作までを行う。

3 DDMに適した材料選定と造形実験

DDM技術を活用して試作を行うにあたり、機械的強度が高いエンジニアリングプラスチックを造形することができる3Dプリンター(熱溶解積層方式)を選定し、研究

を進めることとした。

(1) 造形装置

下記の機器を使用し、造形実験を行った。

- ・機種名: FUNMAT HT (INTAMSYS社)
- ・造形方式: 熱溶解積層方式
- ・造形エリア: 260×260×260mm
- ・積層ピッチ: 0.05～0.3mm
- ・ノズル温度: 450℃(最大値)
- ・ベッド温度: 160℃(最大値)
- ・庫内温度: 90℃(最大値)
- ・フィラメント径: 1.75mm(固定)



図1 機器の全景

(2) 材料

DDM造形の材料にはPEEK(ポリエーテルエーテルケトン)フィラメントを選定した。PEEK材はスーパーエンジニアリングプラスチックとも呼称される結晶性の樹脂で、機械特性・耐熱性・化学耐性の面で優れた性能を持ち、金属代替用途にも使用されている。造形実験にはINTAMSYS社純正のPEEKフィラメントを利用した。

(3) 強度試験

熱溶解積層方式で造形したPEEK材の機械特性を調べるためにダンベル試験片を複数個造形し(図2)、引張試験を行った。造形した試験片は、結晶化度を高め且つ残留応力による歪みを防ぐ目的でアニール処理(熱処理)を加えた。試験はアニール処理前後の試験片を比較する形式とした。

引張試験には(株)東洋精機製作所製のストログラフV10-Bを使用した。

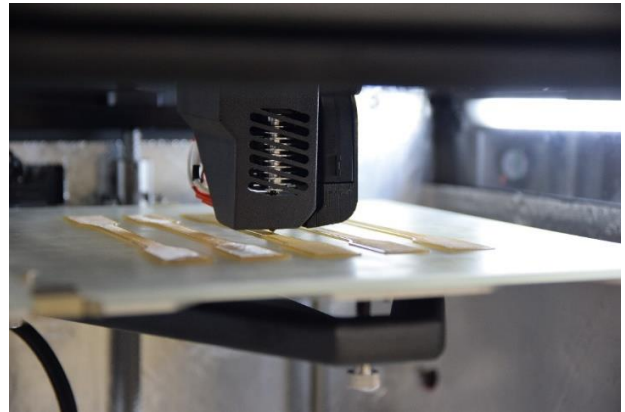


図2 PEEK材料造形の様子

図3にアニール処理後の試験片を用いた引張試験結果を示す。アニール処理前後の試験片を比較すると、アニール処理後の応力値が約20%向上した。アニール処理後の試験片は純アルミ/AT1050(80N/mm²程度)とほぼ同等の値、射出成形品のABS(40N/mm²程度)の二倍以上の強度を有することがわかった。

- ・PEEKアニール処理前: 約70N/mm²
- ・PEEKアニール処理後: 約85N/mm²

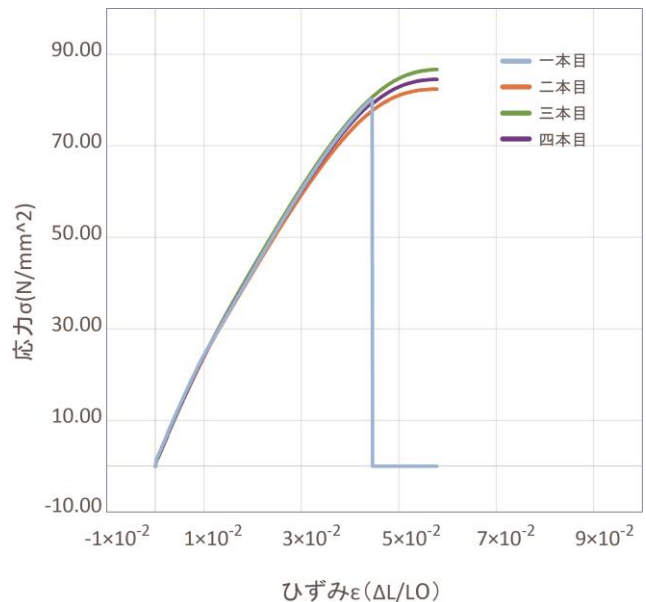


図3 アニール処理後の試験結果

4 製品開発について

本研究にて製品開発に取り組み、ビジネスモデル構築を行った製品5個のうち、「関節リウマチサポーター」「UDチェス」「UDハンドル」の三つについて、(1)ニーズの詳細(2)製品の詳細(3)完成図について、それぞれ

の視点から報告する。なお、ビジネスモデルについては「5 ビジネスモデルの構築」にて報告する。

4.1 関節リウマチサポーター

(1) ニーズについて

関節リウマチとは関節が炎症を起こして骨や軟骨を破壊し、関節の機能の損失や変形を引き起こすものである。患者は人口の0.6～1.0%程度といわれている。患者の多くは患部の変形を防ぐための義肢装具(サポーター)を着用している。

サポーターは工業的に生産した量産品や義肢装具士が製作したものがあがるが、量産品はフィット性や意匠性に乏しいものが少なくない。また、義肢装具士が患者の症状・身体に合わせて製作したサポーターはフィット性が高いものの生産効率が悪く、義肢装具士の負担が大きいという課題があった。

そこで、DDM技術を活用し、患者個人個人に合わせた形状を素早く設計・製作できるプロセスを構築し、3Dプリンターで試作することとした。

(2) 製品の詳細

サポーターの形状は通気性・強度・意匠性のそれぞれに優れたハニカム形状を取り入れることとした。

患者個人個人に合わせた形状を柔軟且つ迅速に設計するために、パラメトリックデザイン手法(3D-CAD設計の手法のひとつで、任意の変数を指定することで形状を生成する手法)を取り入れた。図4に三次元モデリングソフト「Rhinceros(Robert McNeel & Associates社)」のプラグイン「Grasshopper」で製作した形状生成のためのアルゴリズム、図5にそのアルゴリズムで製作したハニカム形状をそれぞれ示した。このアルゴリズムにより、設計プロセスを簡略化することができた。

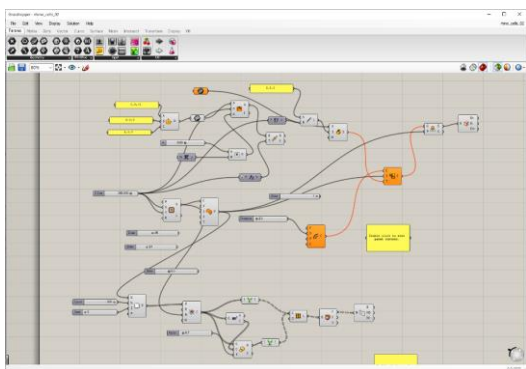


図4 ハニカム形状生成アルゴリズムの一部

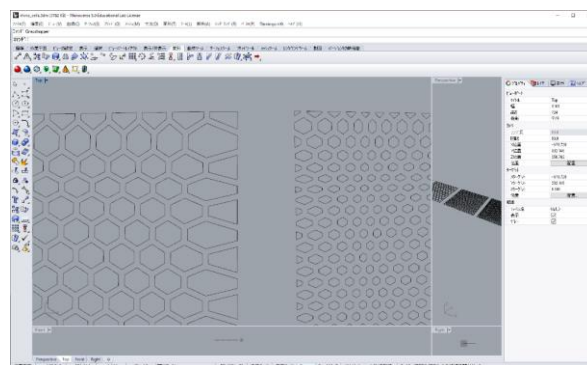


図5 生成したハニカム形状データ

(3) 完成図

図6にハニカム形状の特性を取り入れて設計し、3Dプリンターで造形した関節リウマチサポーターの完成図を示す。装着感の良いサポーターを開発できた。



図6 関節リウマチサポーターの完成写真

4.2 UDチェス

(1) ニーズについて

身体介護や生活援助を必要とする要支援・要介護者の認定者数は全国で679.6万人に上り(令和2年/厚生労働省調べ³⁾、今後も増えていくことが予想されている。これに応じるようにヘルスケア産業では、要支援・要介護者の生活を支援するさまざまな「自助具(支援や介護を必要とする動作を、可能な限り自ら行うための道具)」が開発・発売されている。また、全国各地のファブラボ(一般市民が利用できる電子工作室)が主体となり、作業療法士と協力して、オリジナルの自助具をオーダーメイドで製作している例もある。

既存の自助具を調査してみると、主にADL(日常生活動作)とIADL(手段的日常生活動作)⁴⁾を支援するものが多いことがみえてきた。そこで、本研究では、未開拓の領域が多く残り、作業療法士からのニーズも高かった

「余暇活動を充実させる」ためのグッズの一つである「ゲーム」に着目して開発を進めた。

(2) 製品の詳細

ボードゲームとして人気の高い「チェス」に注目し、握力が著しく低下したユーザーや手指に軽度の麻痺が見られるユーザーでも使える製品を目標に開発を進めた。

形状はユニバーサルデザインの視点から設計を行い、以下三つの特徴を持つ製品を開発した。

- ・指一本で持ち上げられる形状。
- ・乱雑に扱っても倒れにくい形状。
- ・倒れても、すぐに直せる形状。

(3) 完成図

造形後の処理行程を煩雑にする“サポート”の生成が最小になるように設計を行った。図7に光造形で製作した完成図を示す。指をかけるためのフック状の形をしている。また重心が半球状の底部に位置し、倒れにくく、起き上がりやすい。



図7 UDチェスの完成図

4.3 車椅子用UDハンドル

(1) ニーズについて

過去5年間の車椅子の出荷台数を見てみると年間で約8万台～12万台(経済産業省生産動態統計⁵⁾)の間で推移しており、一定の市場規模があることが伺える。また、今後、少子高齢化が進むことを鑑みると、車椅子利用者を高齢者が介助するというケースが増えていくことも予想される。

車椅子の介助は介助者側にも身体的負担が大きい。福祉関連機器の開発・販売する県内企業に聞き取り調査を行ったところ、長時間にわたり無理な姿勢で車椅子

を介助することで腰を痛めてしまう例が少なくないこともみえてきた。そこで、本開発では車椅子の介助者を補助する用具に着目し、開発を進めた。

(2) 製品の詳細

ユニバーサルデザインの視点から車椅子の背面部に設置される介助者用のハンドルを開発した。本製品は以下三つの特徴を持つ。

- ・介助者が楽な姿勢で握める形状。
- ・さまざまな持ち方ができる形状。
- ・危険時、咄嗟に操作できる形状。

(3) 完成図

エンジニアリングプラスチック造形機の特徴に合わせて造形失敗率が低く、サポート(造形モデルの支持材)が最小限となる設計を行った。既存の車椅子のグリップと交換し、装着できる形状になっている。図8に既存の車椅子に取り付けた完成図を示す。



図8 UDハンドルの完成図

5 ビジネスモデルの構築

少子高齢化社会におけるヘルスケア産業は成長産業として注目されている一方、参入障壁は非常に高く、過去の研究で取り組んだ商品開発でも市場参入を断念する例が少なくなかった。そこで、本研究では商品開発と同時に新たな“ビジネスモデル”を検討・構築し、ヘルスケア産業の新規参入を目指した。

関節リウマチサポーターとUDチェスは、3Dデータアーカイブウェブサイト「evenly(イーベンリー。“even”と“便利”)を掛け合わせた造語。図9参照)」で製品の設計データを公開するビジネスモデルを構築した。

“evenly”は地域のファブラボが主体となり運営し、設計データは無料で公開することを想定している。設計デ

ータをダウンロードしたユーザーは、地域のファブラボで製品を造形(3Dプリンター等を活用)する。ファブラボは機器使用料という形で間接的に対価を得る仕組みである。また、“evenly”はユーザーのニーズを収集し、公開する機能も持っている。ニーズを閲覧した、地域企業に所属するエンジニアは、そのニーズに応える設計データをサイトに投稿し、公開する。エンジニアは“ヘルスケア分野のニーズ”“商品開発のヒント”“スキル向上”といった対価を得ることができ、それらは所属企業に還元される。さらに各企業がファブラボに試作を有料で依頼することも想定している(図10)。

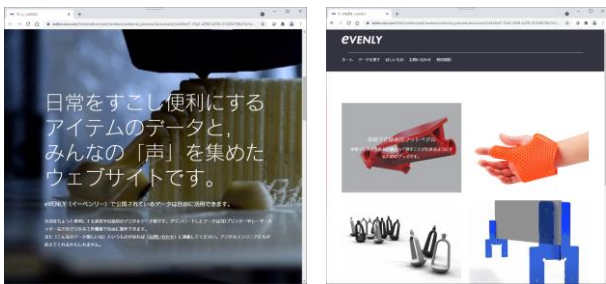


図 9 左: evenly 説明ページ/右: データ一覧ページ

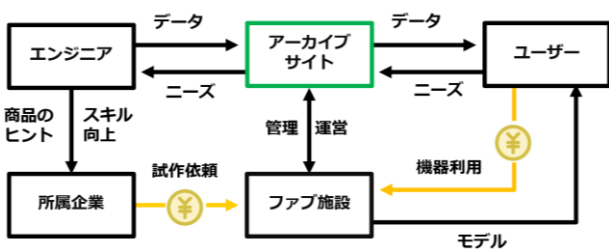


図 10 evenly ビジネスモデルのフロー図

UDハンドルは、介護施設や福祉機器リース企業に製品を有償提供することで、車椅子利用者に経済的負担を強いることなく、ユーザー(車椅子の介助者)が製品を利用できるビジネスモデルを構築した(図11)。介護施設は車椅子利用者の介助をする職員の身体的負担を減らすことができ、福祉機器リース企業は付加価値を持つ製品を提供することで他社との差別化を図ることができる。

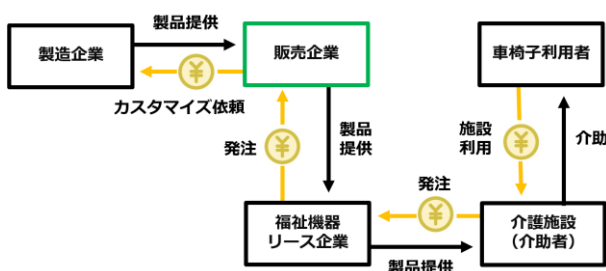


図 11 UD ハンドル ビジネスモデルのフロー図

6 結言

本研究では、デジタルエンジニアリング技術活用によるヘルスケア製品の高度化を目的として、DDMに最適な材料選定、3Dプリンターに特化した設計技術、ヘルスケア現場でのニーズ調査をもとにした製品開発とビジネスモデルの構築に取り組み、以下の知見を得た。

- (1) PEEK材のダンベル試験片を熱溶解積層方式で造形し、アニール処理をして引張試験を行った結果、約85N/m²であり、純アルミ/AT1050と同等、射出成形品のABSの二倍以上の応力値を示すことがわかった。エンジニアリングプラスチック造形機で造形した造形物は適切な後処理を施すことで実用に耐えうる強度を示す。ただし、実製品に活用するためには十二分な安全性の検証が更に必要である。
- (2) 5製品の開発に取り組み、本報では「関節リウマチサポーター」「UDチェス」「UDハンドル」について、そのニーズ、製品詳細、完成図を示した。その結果から、パラメトリックデザイン手法や3Dプリンター等のDDM技術を活用することで、カスタム製品開発のプロセスを簡略化できることが確認できた。
- (3) 「関節リウマチサポーター」「UDチェス」「UDハンドル」のビジネスモデルを検討し、ヘルスケア産業への新規参入には適切なビジネスモデルを構築することが有用であることを示した。

参考文献

- 1) 経済産業省ホームページ「ヘルスケア産業」より
https://www.meti.go.jp/shingikai/mono_info_service/jisedai_health/pdf/008_04_00.pdf
- 2) みやぎ高度電子機械産業振興協議会
<https://www.pref.miyagi.jp/soshiki/shinsan/shinsan-d-index.html>
- 3) 厚生労働省 介護保険事業状況報告
<https://www.mhlw.go.jp/topics/kaigo/osirase/jigyoo/m21/dl/2102a.pdf>
- 4) 小田利勝. 高齢期における自立生活と日常生活活動能力をめぐって. 1999. p.1-2
- 5) 経済産業省生産動態統計
https://www.meti.go.jp/statistics/tyo/seidou/result/ichiran/08_seidou.html

【研究論文】

【平成30年度～令和2年度 地域企業競争力強化支援業】

耐熱合金の精密加工技術開発

渡邊 洋一*1, 家口 心, 吉川 穰, 久田 哲弥*2

自動車産業支援部

(*1現 企画・事業推進部, *2現 新産業振興課)

耐熱合金の切削加工における最適な油剤の選定を目的として、工具先端の観察と抵抗力の測定を行った。被削材を超音波で加振することによる効果は薄く、その原因の1つとして被削材と加振テーブルの固定が不十分であることが示唆された。エマルジョン状の切削油剤を複数用意して抵抗力を比較したところ、工具の刃数とねじれ角が変わると油剤の効果が変化したため、工具形状によって最適な油剤は異なることが分かった。また油剤の分散状態や粘度が潤滑性能に影響を及ぼしている可能性が見出された。

キーワード：耐熱合金, 切削加工, 切削油剤, 切削抵抗力, 超音波援用加工

1 緒言

宮城県では、世界的な成長市場分野の技術的な支えとなる県内の高度電子機械産業に対して、関連企業の集積や産学官の強固なネットワーク形成を強みと捉え、一層の振興を行っている。成長市場の中でも特に航空機産業やエネルギー産業は、みやぎ高度電子機械産業振興協議会において重点分野と位置付けられている¹⁾。

それらの分野で扱われるジェットエンジンやガスタービンには、熱効率の向上という観点から高温環境下での耐久性能が要求されるため、それらの部品の製造には耐熱合金が用いられる²⁾。耐熱合金は自動車産業においても需要がある。エンジンの構成部品であるバルブやエキゾーストマニホールド、ターボチャージャは、400℃から1,000℃までの幅広い高温環境で用いられるため、それぞれの環境で性能が得られる耐熱合金が選定される³⁾。この他にも原子力分野やプラント業界など幅広い分野で用いられている耐熱合金は、使用される場面に応じてクリープ特性や疲労強度、耐酸化性などの様々な優れた機械的特性を発揮するが⁴⁾、その最大の特徴である高温強度を有するが故に機械加工が難しい難削材に分類される。

切削加工では一般に、加工点における発熱によって被削材の温度が上昇することで材料が軟化するため、低温環境よりも加工が容易になる。ところが高温での強度を有する耐熱合金では上述の説明は成り立たず、加工硬化が生じやすいことや熱伝導性が悪いことも手伝って、工具先端の温度が上昇してコーティングの摩耗が

促進されることによる工具の損傷や、加工精度の低下が問題となる⁵⁾。

以上のような背景から、成長分野において今後さらなる利用が見込まれる耐熱合金の高精度かつ高効率な切削加工技術が求められている。しかし耐熱合金の切削加工は高度な先端技術や研究開発と結びついていることが多く、そのような現場で採用される加工条件の鍵やノウハウが世の中に公表されにくい⁵⁾。そのような現状の中で本研究では、県内の高度電子機械産業への技術情報の提供を最終目的として、耐熱合金の切削加工に関する技術開発を行う。

切削加工によって得られる製品の精度や加工の時間的・金銭的コストは、使用する加工機や工具、送りや切り込み量、切削点の冷却方法など、様々な要因に依る。中でも、送りや切り込み量に代表される最適な加工条件は加工機や工具の種類に大きく影響されるため、加工メーカーがそれぞれで採用している環境によって異なる。一方で切削点の冷却方法については、切削油剤を導入する場合はほとんどを占めており、環境に依らず適用可能な情報が得られやすい。ところが加工メーカーの現場では、油剤を一度導入するとその後の交換を行いにくいために、油剤を複数試用して最適なものを選定することが難しい。したがって、県内の様々な加工メーカーに共通して有益となる技術情報の提供を目的とする上では、複数の油剤を比較しながら加工実験を行うことで、最適な油剤を選定することやその理由を考察することに意義がある。

本研究では、耐熱合金の切削に特徴的な温度と抵抗力という機械的特性を実験的に計測し、それらの結

果を用いて最適な油剤の選定を目指す。

本稿は3ヶ年の研究の最終年度の報告にあたる。昨年度までの2年間で、筆者らは切削点近傍の温度及び切削中の抵抗力の計測を行い、加工後の工具先端の摩耗状態の観察結果と照らし合わせることで評価を行ってきた。その結果、工具の欠けと温度の間には相関が認められなかった一方で、抵抗力が大きいほど欠けが発生しやすかったことから、油剤の潤滑機能を司る力学特性への着目が現象の解明に有益であることが示唆された⁶⁾。

その結果を踏まえ、今年度は最適な切削油剤の選定にあたって温度計測は行わず、抵抗力の測定と工具先端の摩耗状態の観察を軸に議論を進める。また研究の最終年度であることから、本研究開始前の状態である工具1本で加工可能な除去量(以下、「工具寿命」と呼ぶ) $1 \times 10^4 \text{mm}^3$ 、加工能率 $90 \text{mm}^3/\text{min}$. に対して、その約3倍となる工具寿命 $3 \times 10^4 \text{mm}^3$ 、加工能率 $300 \text{mm}^3/\text{min}$. を目標値として設定し、それを達成できるような切削条件についても提案することとする。

昨年度は切削点近傍の温度計測を可能とするためにボール型のエンドミルを採用したが、主に仕上げ用に用いられるボールエンドミルでは高い加工能率を確保できないことから、今年度は汎用性が高く一般的に粗加工にも使用されるスクエア型のエンドミルを用いて加工実験を行う。また、加工中の抵抗力低減への効果が報告されている超音波援用加工についても検証する。

2 超音波援用加工の検証

超音波振動の加工技術への援用は対象の幅が広く、切削加工のみならず砥粒加工や接合加工にも応用が検討されている⁷⁾。切削加工に対する超音波援用では、断続切削による切削点近傍への油剤の流入促進や切削抵抗の低減が期待され、難削材への小径穿孔加工技術の開発が平成21年度戦略的基盤技術高度化支援事業に採択されている⁸⁾ことを筆頭に、穿孔加工⁹⁾や旋削加工¹⁰⁾⁻¹²⁾、小径のボールエンドミルを用いた高精度加工^{13), 14)}に対しても研究開発対象とされ、加振の効果が認められている。

エンドミルを用いた切削加工において、工具と被削材の間で超音波振動による相当運動を引き起こす方法には、加工機主軸に超音波振動ユニットを取り付けて工具を加振する方法と、超音波振動テーブルに固定した被削材を加振する方法が考えられる。本研究で対象とする耐熱合金に対しては、直径1.0mmの小径のエンドミ

ルへの超音波振動の付与により、切削抵抗低減の効果が報告されている¹⁵⁾。ここで、工具と被削材の相對運動を引き起こす上では、工具を固定して被削材側を加振しても同様の効果が得られるはずであると考え、本研究ではその効果について検証を行うこととした。

2.1 実験方法と条件

図1に実験装置の外観を、図2に被削材と超音波振動テーブルの寸法を示す。実験にはアルミニウム製のテーブルを有する超音波発生ユニット((株)クマクラ製、超音波振動テーブル Assist UST-150-20k)を使用し、被削材には昨年度までと同様に、Ni基耐熱合金の1つで

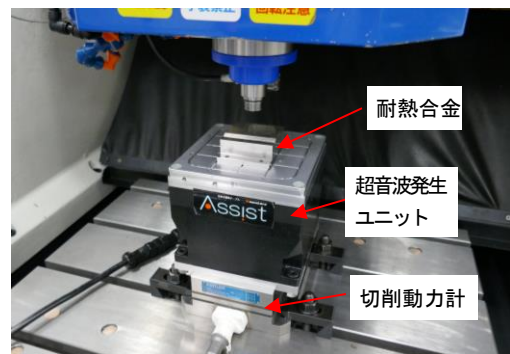
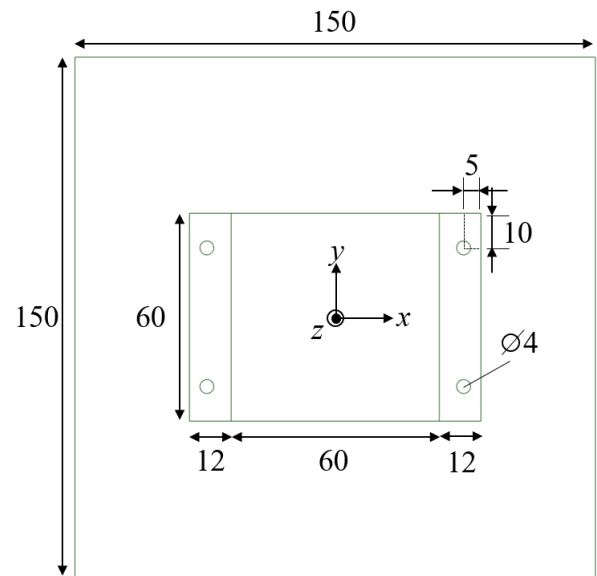


図1 実験装置の外観



単位: [mm]

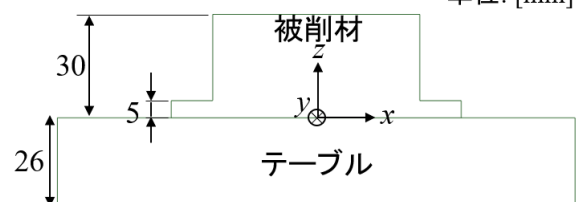


図2 被削材と超音波振動テーブルの寸法

あるインコネル718材を用いた。両者のねじ固定のために、被削材には60×12×5mmのツバが両脇に設けてある。超音波発生ユニットは、その上部に工具軸方向と同じ向き(z方向)に20kHzの縦振動を発生させ、その振動を被削材まで伝える。本ユニットは発振周波数を振動子の共振周波数に調整して出力50%とした時に振幅が2.3~2.6 μm となるように調整されており、今回は超音波振動を加えない(出力0%)に対して、出力を25%とした場合の効果を検証した。

切削抵抗の測定には3成分切削動力計(KISTLER社製 9257B)を使用し、検出分力の方向成分を切削加工機のそれと一致するように調整して、その上に超音波発生装置を固定した。実験には当センター設置の高速NCフライス盤(東芝機械(株)製 F-MACH442)を使用し、4.0mmのスクエアエンドミルを用いたダウンカット方式で加工を行った。その他の加工条件は表1に示す。

表1 加工条件

項目	設定値
工具回転数[min.^{-1}]	12000
切り込み量[mm]	ap0.5/ae0.1
送り速度[mm/min.]	200
切削距離[mm]	1200
冷却方法	オイルミスト

2.2 結果と考察

図3に切削距離に対する抵抗力の変化を示す。抵抗力を方向によって色分けし、実線を超音波加振なしの場合、破線を出力25%の超音波加振を行った場合に対応させた。削る距離が長くなるほど、どの方向の抵抗力も大きくなる。また、スクエアエンドミルの側刃を用いた加工であるため、抵抗力はy方向で最大、z方向で最小となる。さて、超音波振動の付与の有無について比較すると、xy方向については明確な差が認められない一方で、z方向の抵抗力は切削距離が600mmを超えると急激に大きくなった。またその大きさは距離に対する単調増加とはならず、増減を繰り返しながら徐々に増加していった。

超音波加振の有無による工具の損傷の違いを調べるため、マイクロスコブを用いて先端の摩耗状態の観察を行った。その結果を図4に示す。先端はいずれの条件でも欠けの無い安定摩耗となっており、工具の摩耗形態に明確な差は見られない。以上より、今回の実験条件においては、工具の長寿命化や抵抗力の低減への

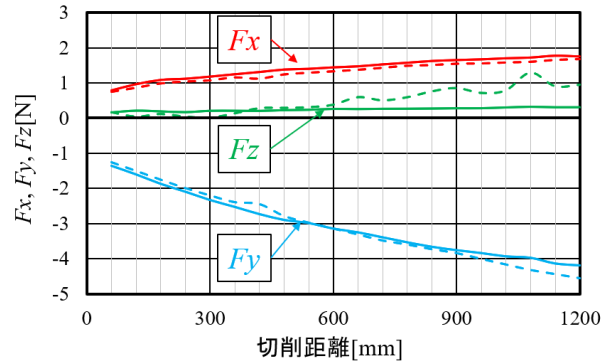


図3 超音波の有無に対する抵抗力の比較
(実線:超音波なし, 破線:超音波あり)

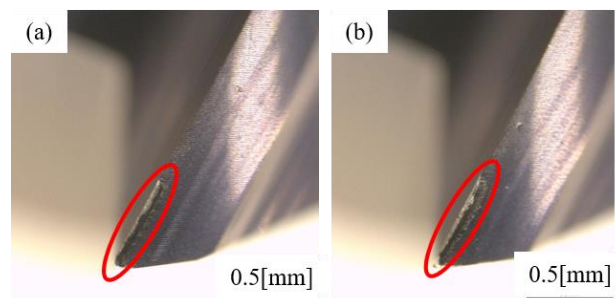


図4 工具摩耗観察結果
(a)超音波なし, (b)超音波あり

効果を得ることができなかった。

そこで、超音波加振による効果が得られなかった理由について考察を行う。前述のとおり、既存の広島市の研究では、インコネル718の切削加工において超音波加振による20~50%の抵抗低減が報告されている。またこの研究では、加工機の主軸に超音波振動ユニットを取り付けることで工具側を加振している¹⁵⁾。加振の対象を工具とするか被削材とするかは、原理的には切削現象に影響を与えないと考えられるが、実際の運用にあたっては意図した振動が付与できていない可能性があると考え、振動の様子を数値計算にて調べることにした。

図2に示す形状に対してxy方向の対称性を考慮した3Dの1/4モデルを作成し、ANSYS Workbench Mechanical v18.2にて時刻歴応答解析を行った。テーブル下面に対して振幅1 μm 、周波数20kHzの正弦波状の強制変位を与え、ねじ留めされている直径4mmの面のみをボンド接続とし、その他の接触面は摩擦なしとして衝突拘束を使用した。

加振開始から1.5msec.後の振動の様子を図5に、座標原点におけるz方向変位の時間変化を図6に示す。なお、見やすさのために、実際の計算結果に対して変位

を580倍に拡大して表示していることに注意を要する。テーブル下面の加振に対して、被削材には振幅 $5\mu\text{m}$ 、周波数5kHz程度の周期的なホップ運動が発生し、意図した超音波振動を与えることできていない可能性が示唆された。今回行った超音波加振の実験ではz方向の抵抗力が途中から増大しており、数値計算の結果はその原因の説明の一助ともなり得る。ただし、広島市の研究とは加振方法のほかにも、加振周波数や工具径、切削の条件にも違いがあるため、意図した振動の付与が可能な固定方法の改良を含め、効果が得られる条件の探索は今後の課題と考える。

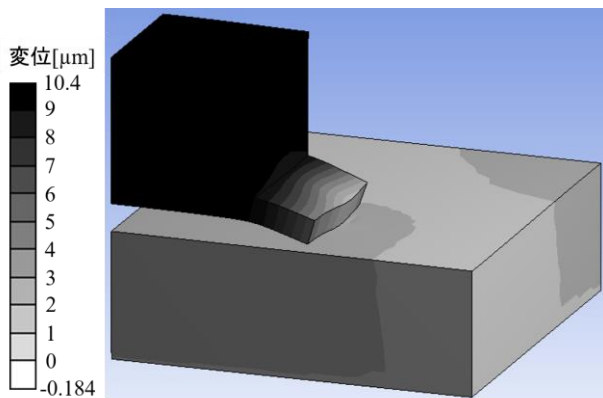


図5 数値計算で得られた振動の様子

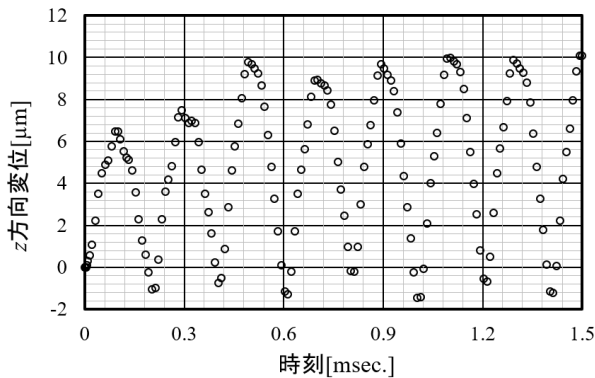


図6 座標原点におけるz方向変位の時間変化

3 最適な切削油剤の選定

一般に切削油剤を導入する目的は切削点の冷却と潤滑である。緒言でも述べた通り、昨年度の実験結果⁶⁾から工具摩耗と抵抗力の相関が得られており、今年度は油剤の持つ潤滑性能についてより調査を深めることとした。実験においては、切削加工に用いる油剤を複数選定し、抵抗力を比較することで最適な油剤の選定を行った。

3.1 実験方法と条件

実験には、当センター設置の五軸マシニングセンタ(アジエ・シャルミ社製 HSM-400ULP)を使用した。本実験においては、7種類の油剤の交換と交換後の切削加工を幾度も繰り返す必要があるが、工作機械付属のタンク容量が200リットルと大きく、そのままの仕様では油剤の交換が困難である。そこで、容量20リットルのタンクと循環ポンプを加工機に別系統で新設し、油剤の交換作業を容易に行えるよう改良を施した。また油剤を交換する際には、異なる油剤同士の混合を避ける目的で、油剤A→実験→水道水→油剤B→実験→水道水→油剤C→…というように、水道水での置換を一度挟むこととした。

今年度は、難削材に適した切削油剤から、水溶性エマルジョンタイプのを7種類(以下、油剤A~Gとする)選定した。水溶性エマルジョンタイプの切削油剤は液濃度により潤滑性能が変化するため、推奨使用濃度が指定されている。本実験では、全ての油剤において推奨使用濃度の範囲に収まる $12\pm 0.5\%$ に調整した。また、油剤の供給量は $30\text{cm}^3/\text{sec}$.とした。

図7に実験装置の外観を示す。被削材の大きさは $60\times 60\times 30\text{mm}$ とした。切削抵抗の測定には3成分切削動力計(KISTLER社製 9256C2)を使用し、検出分力方向成分を切削加工機のそれと一致するように調整して、その上に被削材を固定した。使用した工具は、図8に示す6.0mmの2枚刃スクエアエンドミルで、ダウンカット方式で加工を行った。その他の加工条件は表2に示す。なお、油剤を変更した全ての実験条件に対して、新品の工具を用いた状態を切削距離0と定義した。

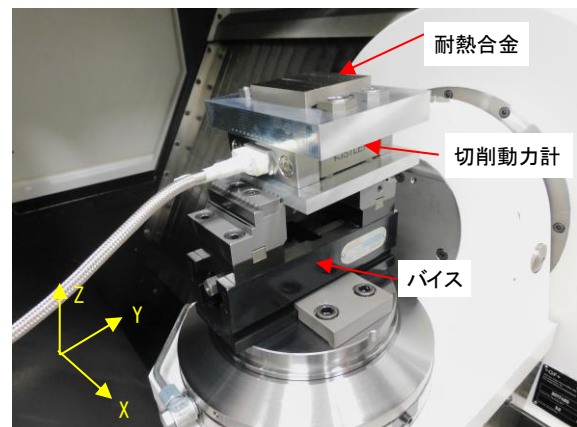


図7 実験装置の外観

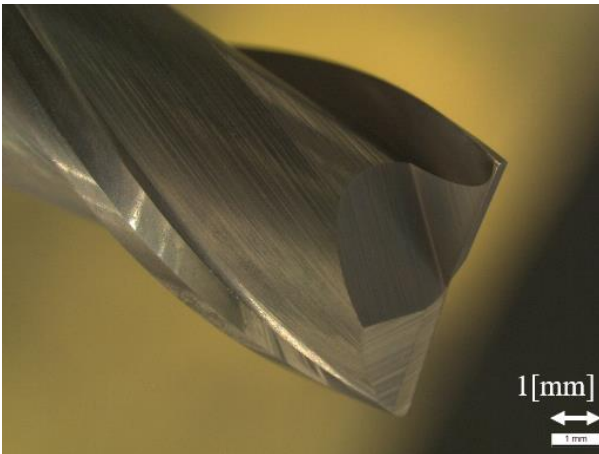


図8 実験に使用した2枚刃のスクエアエンドミル

表2 加工条件

項目	設定値
工具回転数[min^{-1}]	6500
切り込み量[mm]	ap1.0/ac0.1
送り速度[mm/min.]	250

3.2 結果と考察

まず切削距離を3,000mmとして、7種類の油剤に対する抵抗力の違いを調べた。その結果を図9に示す。図3の時と同様に、スクエアエンドミルによる切削加工では y 方向の抵抗力が支配的であり、その方向は図7に示す座標系の負の方向を向くため、本章以降の議論には符号を反転させた抵抗力の y 成分 $-F_y$ を用いる。

被削材は送り方向に60mmの長さを持ち、工具の送り速度を250mm/min.としたため、1パスの加工には約14秒かかる。プロットに用いた抵抗力は、1パスのうち中心付近の10秒間の平均値で、1パスの切削長さ60mm毎に表示している。どの油剤を用いた場合にも、切削距離が長くなるに伴って切削抵抗が大きくなり、油剤による違いが顕在化する。切削距離3,000mmにおいて、抵抗力が最小であった油剤Aに対して最大であった油剤Gでは約1.5倍の違いがあり、油剤の選定が工具寿命に影響を及ぼす一因であることを示唆している。

そこで次に、抵抗力が最大、最小であった油剤Gと油剤Aについて、切削距離を6倍の18,000mmまで長く加工した場合の抵抗力について調べた。なお、7種類の油剤に対する抵抗力の違いを調べる実験とは別に、本実験に対しても新品の工具を用いたことを再掲する。実験結果を図10に示す。まず、切削距離が3,000mmまでは図9に示す値と同等の結果であり、再現性が確認できる。その後、両者ともに切削距離が長くなるに伴って抵抗は

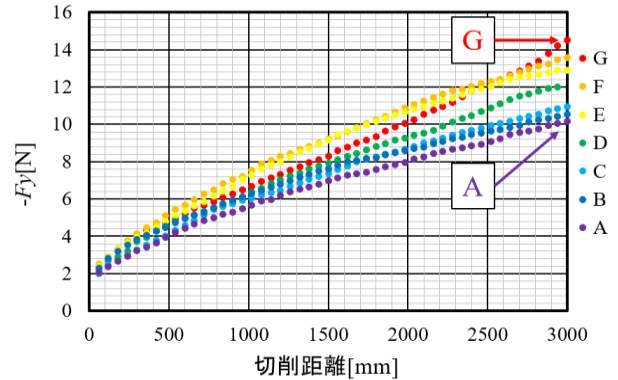


図9 7種類の油剤に対する抵抗力の比較

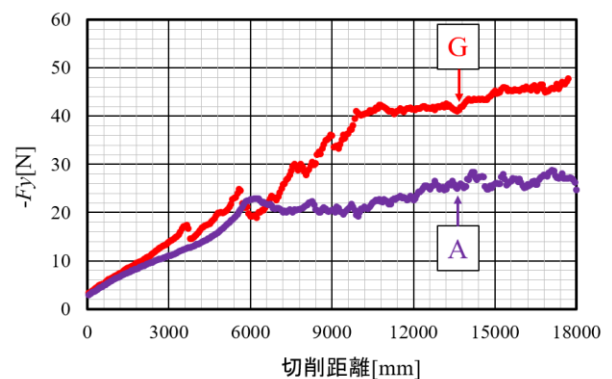


図10 油剤AとGを用いた場合の抵抗力の比較

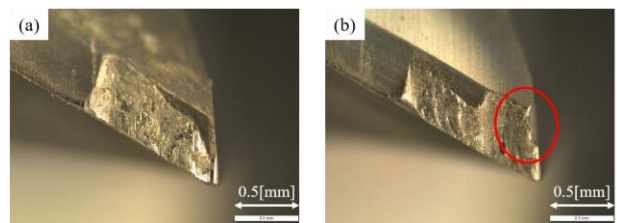


図11 工具摩耗観察結果
(a)油剤A, (b)油剤G

増大するものの、最終的に切削距離18,000mmにおいては抵抗力として2倍程度の違いが生じ、切削距離を伸ばしても油剤Aの方がより抵抗が低いまま加工を行うことができた。

油剤の違いによる工具寿命の評価を行うべく、切削距離を18,000mmとした実験の終了後に、油剤AとGを使用した実験に用いた工具の側面刃の刃先ニゲ面をマイクロスコープにて観察した。その結果を図11に示す。すると、抵抗力が小さかった油剤Aを用いた場合の工具には目立った欠けが観察されなかった一方で、抵抗力が大きかった油剤Gを用いた場合の工具には図の赤丸部において欠けが発生していた。すなわち、油剤による潤滑

性能が乏しい油剤Gにおいては、切削点において高い抵抗力を受けるため、工具の損傷が激しく工具寿命が短くなったと考えられる。

では、油剤に対する抵抗力の違いは、どのようなメカニズムによって生じたのかについて考察する。そもそも今回測定している抵抗力とは工具が被削材に対して与えた力であり、工具は被削材から受けるその力の反作用によって損傷する。それらの作用点である切削点を介した力の大小に油剤の種類の違いが関わっているということは、エマルジョン状の油剤の持つ(流体)力学的特性の違いに起因するものと仮定し、その特性について調べてみることにした。

油剤が流れる際にはたらく力には、圧力・粘性力・重力・表面張力が考えられるが、それらの中でも切削点近傍の小さなスケールにおいて油剤の物性が関わるものとして、粘度と接触角を測定した。測定にはそれぞれレオメータと接触角計を用いた。接触角は直接的な表面張力の測定ではないが、その結果として現れる濡れの効果を調べることに対応する。測定結果を表3に示す。

表3における「油剤」は実際に切削点に噴射される濃度 $12 \pm 0.5\%$ に調整されたエマルジョン状態のものを指し、「油」は水と混合される前の油単体を指す。接触角については、エマルジョン状態でも油単体としてもAとGの間に大きな差は見られない。すなわち油剤が工具または被削材に付着してから濡れ広がる速度の大小が切削点の潤滑を左右しているようには考え難い。

一方で粘度について見てみると、エマルジョンとしての粘度には大きな差はないものの、油単体としては1.5倍程度の違いがある。ここで切削油剤のエマルジョン状態とは水の中に油が滴(粒子)となって分散している状態であることを思い出し、レーザー回折散乱式粒度分布測定装置によって分散した油の粒度分布を測定した。

その結果を図12に示す。横軸は油滴の粒径を、縦軸は個数分率を示しており、両軸とも対数表示としている。油剤Aは油剤Gに比べて $0.02 \sim 0.04 \mu\text{m}$ 程度の小さい径の油滴を2倍以上多く含んでいることが分かる。先述の粘度の違いからも、それぞれの油滴に働く粘性力が異なるため、切削点近傍における油滴の流動には、油剤Aと油剤Gとの間で違いが現れるものと想像される。現在得られている結果からはこれ以上の考察はできないが、これらエマルジョンの分散状態や油剤の力学的特性に着目することで、油剤の効果の違いが説明できる可能性はある。

以上をまとめると、用いる油剤の種類によって抵抗力には明確な違いが現れ、その抵抗値の大小は工具の

欠けや摩耗状態といった寿命に関する現象の違いに反映されることも確認できた。またその油剤の違いと切削抵抗の間には、エマルジョンとしての油剤の力学的特性が関わっている可能性があり、今後さらなる検討が必要であると考えられる。

表3 切削油剤の力学的特性

	油剤A	油剤G	油A	油G
接触角[deg.]	37.2	33.0	19.6	19.6
粘度[mPa・s]	1.6	1.5	230	360

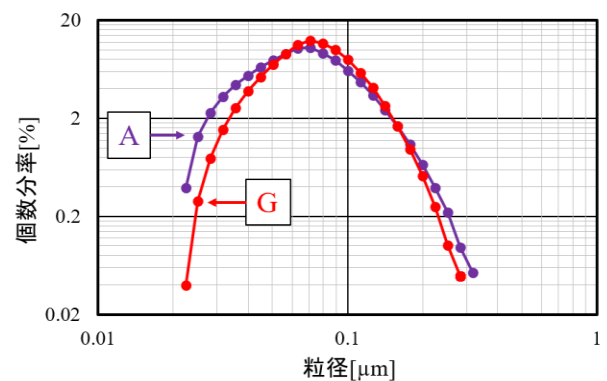


図12 分散した油の粒度分布

4 加工高能率化の検証

耐熱合金が使用されるジェットエンジンやロケットなどの部品の形状は薄肉のものが多く、除去加工される際の部品体積に対する切りくず体積の比は著しく大きい。低コストで高能率な加工を行うためには、単位時間あたりの材料除去量の向上を目的として、工具形状と油剤の選定も含めた加工条件の最適化が必要となる。

今年度は、研究開始前の状態の約3倍となる工具寿命 $3 \times 10^4 \text{mm}^3$ 、加工能率 $300 \text{mm}^3/\text{min}$ を目標値として設定したが、前章での検討においては表2に示す切り込み量と送り速度から算出される加工能率は $25 \text{mm}^3/\text{min}$ と、目標値の1割にも満たない。それにも関わらず、切削距離を $18,000 \text{mm}$ として油剤Gを用いた場合における除去量は $1.8 \times 10^3 \text{mm}^3$ にも関わらず、工具に欠けが生じてしまった。そこで本章では、長い工具寿命と高い加工能率を追求すべく、工具の刃数と送り速度を大きく設定し、目標達成に向けた検討を行うこととした。

4.1 実験方法と条件

前章で用いた工具は図8に示す 6.0mm の2枚刃スクエ

アエンドミルであったが、本章では図13に示す6.0mmの6枚刃スクエアエンドミルに変更する。両者の違いは刃数だけではなく、2枚刃のエンドミルのねじれ角が30deg.であったのに対して、今回使用の6枚刃のエンドミルのねじれ角は45deg.である。ねじれ角が大きな工具は、単位長さあたりの切れ刃にかかる負荷が減少するため、工具寿命は長くなることが期待できる。また表4に示す加工条件の中でも、深さ方向の切り込み量 a_p と送り速度を、それぞれ表2の6倍、約3倍とすることで、加工能率においても目標の達成が可能となる。なお、回転数と送り速度は6枚刃の工具に対する慣用の加工条件よりもはるかに高く設定されている。目標とする工具寿命 $3 \times 10^4 \text{mm}^3$ を評価するべく、切削距離はそれを超える54,000mmと設定し、前章の結果を踏まえて切削油剤には油剤Aと油剤Gを採用した。被削材のブロックは60×60×30mmとし、ダウンカット法により加工実験を実施した。

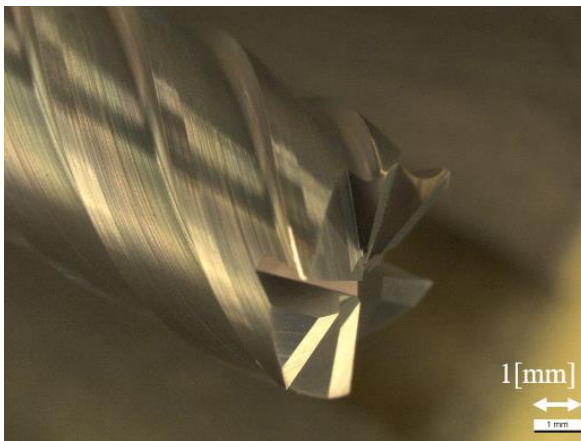


図13 実験に使用した6枚刃のスクエアエンドミル

表4 加工条件(()は慣用条件)

項目	設定値
工具回転数[min.^{-1}]	6,500(2,100)
切り込み量[mm]	$a_p 6.0 / a_e 0.1$
送り速度[$\text{mm}/\text{min.}$]	700(250)

4.2 結果と考察

前節に示した条件で加工実験を行った後の、工具の摩耗状態の観察結果を図14に示す。どちらの油剤を用いた場合においても目立った欠けはなく、1本の工具で加工を終了することができた。すなわち、ねじれ角が大きく刃数の多いエンドミルを選択することで、加工能率 $420 \text{mm}^3/\text{min.}$ で除去量 $3.24 \times 10^4 \text{mm}^3$ の加工を行うことができ、目標を達成することができた。

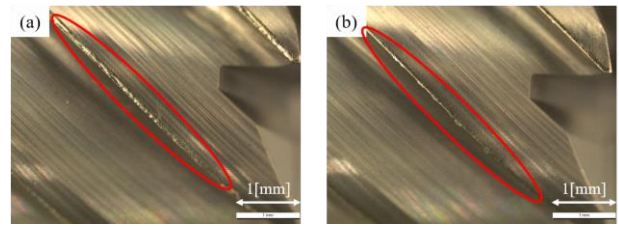


図14 工具摩耗観察結果
(a)油剤A, (b)油剤G

ここで図14の結果を詳細に観察すると、欠けこそ確認できないものの、油剤Aを用いた方が油剤Gを用いた場合に比べて、摩耗の程度が大きいように見える。そこで、前章と同様に抵抗力 F_y の切削距離に対する変化を調べた。その結果を図15に示す。プロットに用いた抵抗力は前章同様に、1パスのうち中心付近の10秒間の平均値である。切削距離15,000mm程度までは、どちらの油剤を用いても抵抗力に大きな差は見られないものの、その後距離を伸ばすほど、油剤Aを用いた場合には油剤Gを用いた場合に比べて抵抗力が大きくなることが分かる。この結果は、前章でのねじれ角30deg.で2枚刃のエンドミルを用いた場合とは傾向が逆転している。表2と表4を比べると、実験においては工具の形状のみならず切り込み量にも違いがあるため、図15の結果だけでは油剤の効果の逆転現象の原因を特定することができない。

そこで、切り込み量 a_p の値を6.0から1.0へと変更することで切削条件を同等とし、工具形状の差のみの評価ができる条件で追加実験を行った。なお、2枚刃の場合に比べて6枚刃の場合には、回転数は同じで送り速度が約3倍であるため、1刃あたりの送り量については同等な条件となっている。図16にその結果を示す。切削条件を同等としても、油剤の効果については図15と同様の傾向であるため、逆転現象は工具形状に起因することが確かめられた。すなわち、工具の形状によって最適な油剤は異なることが分かった。

前章での考察では、油の持つ粘度と油滴の粒度分布の違いから、切削点近傍における油滴の流動の違いが現れる可能性を指摘した。本実験では、用いた油剤は同じであるにも関わらず、油剤にとっての流路を決定する工具形状の違いによってその効果が逆転したことから、油剤の流れ自体に違いが生じた結果として潤滑性能に変化が起きている可能性が考えられる。ただし、上述の議論はあくまで仮説の域を超えず、これらの検証には今後さらなる詳細な実験が必要であることは筆者らも承知している。

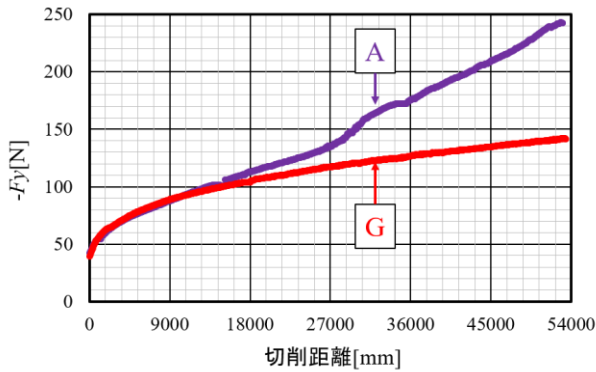


図15 6枚刃, ap6.0条件での抵抗力の比較

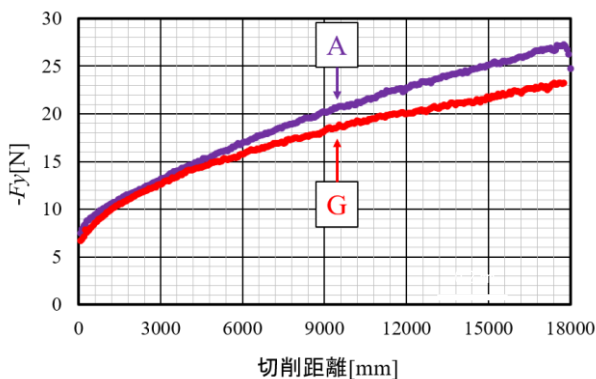


図16 6枚刃, ap1.0条件での抵抗力の比較

5 結言

耐熱合金の切削加工における最適な油剤の選定を目指し、工具先端の摩耗状態と切削抵抗に着目して超音波援用加工の検証と複数の油剤の比較を行った。また、研究開始前に状態に対して約3倍の工具寿命と加工能率を目標として、それらを達成できるような条件についても調べた。

まず超音波発生装置によって被削材を加振することで、抵抗低減を狙った切削加工を行った。その結果、工具軸に垂直な方向の抵抗については加振なしの場合とほとんど違いが見られないだけでなく、工具軸方向の抵抗については加振を行った方が途中から増加した。そこで、被削材の超音波加振を模擬した数値計算を実施したところ、加振テーブルに対してねじ留めしていた被削材が低周期のホップ運動をする結果が得られた。したがって、被削材が加振テーブルに十分固定できていなかったことが原因の1つとして示唆された。

次に7種類のエマルジョン状の切削油剤を用意し、抵抗を比較することで最適な油剤の選定を行った。切削距離の増大に伴って油剤による抵抗の差は大き

くなり、抵抗が最小であった油剤Aを用いた場合に比べて抵抗が最大であった油剤Gを用いた場合には、約1.5倍の抵抗の違いがあった。そこで抵抗が最小及び最大であった油剤A及び油剤Gを用いて、さらに切削距離を長くした実験を行ったところ、油剤Gを用いた場合には工具に欠けが発生した一方で、油剤Aを用いた場合には欠けを生じずに加工を終えることができた。また距離を伸ばしても抵抗の大小に違いはなかった。結果の違いに関わる因子を考察すべく、油剤Aと油剤Gの力学的な特性について調べたところ、エマルジョンに含まれる油滴の粒度分布と、その油の粘度の違いがあることが分かった。以上より、油剤の違いによって工具寿命や抵抗には明確な違いが現れ、その現象にはエマルジョンとしての油剤の力学的な特性が関わっている可能性が見出された。

これまでの加工条件では目標とする工具寿命と加工能率を達成することはできなかったため、工具形状と加工条件を変更することとした。ねじれ角が大きく刃数が多いエンドミルを選定し、送り速度を高く設定した結果、工具先端の欠けもなく目標を達成することができた。ところが、油剤による抵抗低減や工具摩耗の効果については、ねじれ角が小さく刃数が少ない場合と比べて逆転した。そこで加工条件を揃えて、工具形状のみが異なる条件で再度実験を行ったところ、工具形状の違いによって最適な油剤が異なることが分かった。油剤と抵抗の関係についての説明は、今後の研究課題である。

以上より、目標とする工具寿命と加工能率を達成し、最適な切削油剤が工具形状に依存することを明らかにすることができた。

参考文献

- 1) 宮城県経済商工観光部新産業振興課 高度電子機械産業振興班編. “ごあいさつ”. みやぎ高度電子機械産業振興協議会/協議会概要. 2019-06-18. <https://www.pref.miyagi.jp/soshiki/shinsan/shinsan-d-index.html>, (参照2020-05-27).
- 2) 原田広史. 超耐熱合金. 物質材料研究アウトルック. 2006, p. 322-329, https://e-materials.net/outlook/OUTLOOK2006/OL2006_cap/cap3-5-6a.pdf, (参照2020-05-27)
- 3) 野田俊治. ミニ特集, 最先端の実用耐熱材料 自動車および発電用タービンで用いられる耐熱材料. までりあ. 2003, 42(4), p. 271-275.
- 4) 小澤茂太, 島田宜治. 自動車部品向け耐熱合金

「EXE0-E900」. NACHI TECHNICAL REPORT Materials. 2016, 30B5, p. 1-6.

- 5) 狩野勝吉. 難削材・新素材の切削加工ハンドブック. 工業調査会, 2002, p256.
- 6) 渡邊洋一ほか. 耐熱合金の精密加工技術開発. 宮城県産業技術総合センター研究報告書. 2020, p. 69-73.
- 7) 浅見拓哉. 超音波振動を利用した加工技術. 日本音響学会誌. 2018, 74(4), p. 219-226.
- 8) 平成21年度戦略的基盤技術高度化支援事業「超音波振動を援用した難削材への小径穴あけ加工技術の開発」研究開発成果等報告書. 平成22年, p. 1-30.
- 9) 磯部浩己ほか. 超音波振動するドリルによる加工特性向上 第1報: 食い付き性の改善と振動モードの影響. 砥粒加工学会誌. 2015, 59(6), p. 328-333.
- 10) 新井亮一ほか. 超音波振動による切削抵抗の低減. 長野県工業技術総合センター研究報告. 2009, 4, p. 20-22.
- 11) 越水重臣ほか. 超耐熱Ni基合金インコネル718の超音波振動切削. 2009年度精密工学会秋季大会 学術講演会講演論文集. 2009, E24, p. 325-326.
- 12) 東孝幸ほか. 難削材の超音波振動切削に関する研究. 2014年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集. 2014, L39, p. 633-634.
- 13) 山田眞次郎ほか. 超音波振動ミリング加工に関する研究(第1報) -基礎的特性の検討および小径ボールエンドミル加工への適用-. 精密工学会誌. 2003, 69(7), p. 939-943.
- 14) 金井秀生ほか. 超音波ミリングによる精密金型加工に関する研究(第3報) -3次元形状金型加工-. 日本機械学会関西支部ブロック合同講演会-2007さいたま-講演論文集. 2007, 2103, p. 33-34.
- 15) 桑原修. Ni基耐熱合金のエンドミル加工に関する研究. 広島市工業技術センター年報. 2003, p. 52-54.

【研究論文】

【平成30年度～令和2年度 県単研究】

ショットガス吹き付け方式を用いたガス濃度測定 — 金属酸化物多孔質体を応用したガスセンサの開発 —

阿部 宏之, 岩田 一樹^{*1}, 馬 騰^{*2}, 但木 大介^{*3}, 平野 愛弓^{*2,*3}, 木村 康男^{*4}, 庭野 道夫^{*5}
機械電子情報技術部, ^{*1}東北福祉大学, ^{*2}東北大学材料科学高等研究所,
^{*3}東北大学電気通信研究所, ^{*4}東京工科大学, ^{*5}東北福祉大学感性福祉研究所

ガスセンサの測定時間を短縮可能なガス濃度測定方法(ショットガス吹き付け方式)を新たに提案し, 窒素希釈された一酸化炭素の濃度測定に対して適用した。その結果, 1秒間のガス吹き付けで, 一酸化炭素濃度の違いによる出力電流値の違いが測定可能であり, 最短3秒の測定で0.01%の濃度まで同定可能であることを示した。

キーワード: 呼吸検査装置, ガスセンサ, 陽極酸化, 酸化チタンナノチューブ, 白金微粒子, ガス濃度測定

1 緒言

ガスセンサは, 窒息や爆発の危険性を有する作業現場でのガス検出用途だけでなく, 疾病の早期診断のための呼吸検査用途として医療健康分野での可能性が示唆され, 呼吸診断方法とともに数多くの研究が進められている¹⁾。特に呼吸検査装置に搭載されるガスセンサには, 複数種類の異なるガスが含まれる混合ガスから, 特定のガスを高感度に, 短時間で検出できることが求められている。様々な疾病と呼吸に含まれるガスとの関連を表1に示す¹⁾⁻³⁾。呼吸の成分が健康状態や疾病についての有益な情報を提供するものであることが分かる。

表1 呼吸成分と臨床的意義

呼吸成分	臨床的意義
水素	消化吸収機能, 腸内細菌の異常
メタン	腸内嫌気性菌の異常
一酸化炭素	慢性気管支炎, 酸化ストレス(糖尿病)
エタノール	飲酒, アルコール依存症, 落酊度測定
アセトアルデヒド	肺がん, 飲酒代謝物, アルコール中毒, 代謝指標
アセトン	インスリン欠乏症(糖尿), 肥満, ダイエット
イソブレン	コレステロール合成中間体
一酸化窒素	ぜんそく, 喫煙, 気道感染
アンモニア	肝炎, ピロリ菌検査, 肝性脳症の簡易スクリーニング

東北大学電気通信研究所 庭野研究室では, ボトムアッププロセスである局所陽極酸化技術と, トップダウンプロセスであるフォトリソグラフィ技術とを組み合わせたハイブリッドプロセスを開発し⁴⁾, ナノスケールのチューブが互いに密着した状態で配列制御した酸化チタンナ

ノチューブ薄膜をガラスやシリコンなどの固体基板上に形成することに成功した⁵⁾。さらに, この技術をガスセンサへ適用することにより, 酸化チタンナノチューブ薄膜を検出対象ガスのセンシング部とする超小型(ミクロンサイズ)・広い測定範囲(1ppm~10%)・高感度(最高感度1ppm)の水素ガスセンサを実現した⁶⁾。また, 原子層堆積(Atomic Layer Deposition; ALD)法を用いてセンシング部である酸化チタンナノチューブの薄膜表面だけでなく, 内部にも触媒となる白金微粒子を均一に担持したことによって感度向上, 応答時間短縮を実現した⁷⁾⁻¹⁰⁾。

ガスセンサ素子に担持する触媒の種類や量, センサ素子の構造を変更することでガスセンサの性能が向上すると考えられる。一方, ガスセンサへのガス導入方法でも性能を向上できると考えられる。そこで, 我々は, 開発中のガスセンサの測定時間短縮のため, 新しいガス導入方式によるガス濃度測定方法を提案し, その性能を検証したので報告する。

2 実験

2.1 ガスセンサの作製方法

本研究で作製した酸化チタンナノチューブ型ガスセンサの作製プロセスとセンサ特性の測定方法の模式図を図1に示す。

(a) 硫酸過水と希フッ酸で洗浄した厚さ200 μ mのシリコン(100)面基板の片面に300nmの窒化シリコンを化学気相成長法で, 反対の面に650nmの酸化シリコンを熱酸化で成膜する。

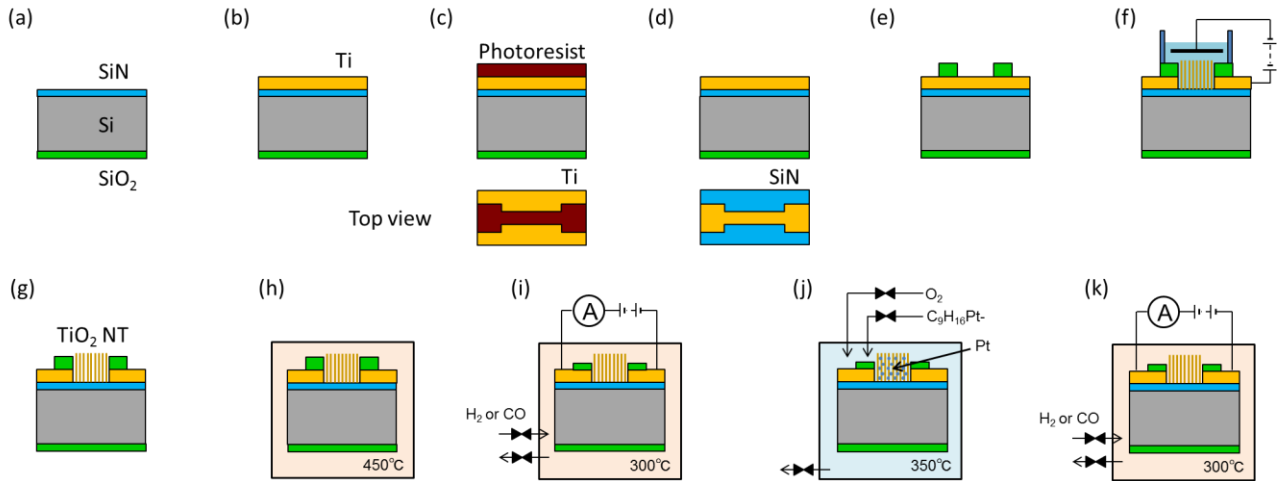


図1 陽極酸化技術とフォトリソグラフィ技術とを組み合わせたガスセンサ作製プロセスとセンサ特性の測定方法

- (b) 窒化シリコン膜側に膜厚500nmのチタンをスパッタで成膜する。
- (c), (d) フォトリソグラフィと市販のウエットエッチング液(和光純薬工業 TCL-2)でチタンをセンサ形状にエッチングする。
- (e) センサ形状にパターニングしたチタン薄膜のセンシング部及び電極部以外を膜厚200nmの酸化シリコン蒸着膜で保護する。
- (f), (g) リング状に加工した白金線を陰極として、フッ化アンモニウム、エチレングリコール、水を混合した溶液でセンシング部分のチタン薄膜だけを陽極酸化して、酸化チタンナノチューブを作製する。膜厚500nmのチタン薄膜を陽極酸化すると、膜厚約1 μ mの酸化チタンナノチューブ薄膜が形成される。
- (h) 陽極酸化で形成した酸化チタンナノチューブがアモルファス相なので、大気中で熱処理(450 $^{\circ}$ C, 30分間)して、触媒活性の高いアナターゼ相に転移させる。
- (i), (k) ガスセンサを設置した密閉容器内に空気または検出対象ガスを流し、ヒーターで300 $^{\circ}$ Cに加熱した状態で1Vの電圧を印加しながら、ガスセンサの電流値の変化を測定する。
- (j) ガスセンサを設置したチャンバー内を真空にし、ヒーターで350 $^{\circ}$ Cに加熱した後に原料ガス(トリメチルメチルシクロペンタジエニル白金)を導入する。次に、余分な原料ガスを排気してから反応ガスである酸素を導入する。基板表面に吸着したトリメチルメチルシクロペンタジエニル白金と酸素が反応して白金の微粒子が担持される^{11), 12)}。この手法がALD法である。

図2に作製したガスセンサ基板の模式図を示す。20mm \times 40mmのシリコン基板上に線幅100 μ mと1,000

μ mのセンサが3組、配置されている。図1(e)に示した酸化シリコン蒸着膜によって、チタン膜が露出している領域のみが陽極酸化され、センシング部である酸化チタンナノチューブとなる。その幅はセンサの線幅と同じで、長さは25 μ mである。

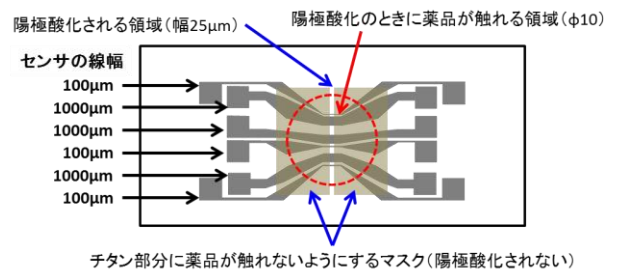


図2 作製したガスセンサ基板の模式図

2.2 センサ特性の測定方法

本研究のガスセンサでは、検出対象ガスに対するセンサの出力電流の変化でセンサ特性を評価する。図3に、検出対象ガスに対する電流値の変化を測定するために作製したセンサ基板を入れる自作の密閉容器の模式図(a)と密閉容器内に作製したセンサ基板を設置した様子(b)を示す。

密閉容器には、2個のガス導入バルブ(AとB)と各1個のガス排出バルブと真空排気バルブが配管を通して接続されている。ガス導入バルブAの開閉で検出対象ガスを、ガス導入バルブBの開閉で検出対象ガスを流す前の出力電流値に戻すための回復ガスとして空気を容器内に導入・停止する。この間に、ガス排出バルブが常時開かれていることで、密閉容器内に導入された検出対象ガスや回復ガス(空気)が密閉容器内に蓄積されるこ

となく、排出される。ガス導入バルブの下流側にある配管の先端は、ガスセンサのセンシング部の直近に設置されており、検出対象ガスや回復ガス(空気)が、センシング部に直接吹き付けられる。ガス導入の詳細については、次節2.3で述べる。

また、検出対象ガスと希釈ガス(窒素や空気)のマスフローコントローラーを並列に接続して、それらの流量比を変更することで密閉容器内に流す検出対象ガスの流量と濃度が制御可能である。図3(b)に示すように、密閉容器内に設置したセンサ基板のセンシング部の両端にある電極に銀線の一部を銀ペーストで接着し、他端を密閉容器の内壁に取り付けた端子に接着した。基板の下には、セラミックヒーターが設置されており、測定中に基板を加熱することができる。

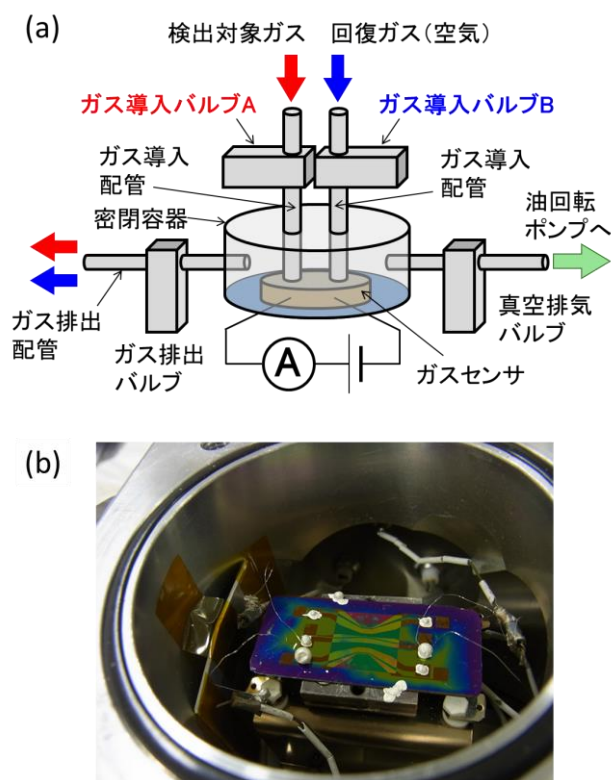


図3 自作の密閉容器(a)、作製したセンサ基板を密閉容器内に設置した様子(b)

2chピコアンメータ/電圧源(KEITHLEY Model 6482)を用いて、1Vの電圧を印加しながら、ガスセンサの電流値の変化を測定した。具体的には、密閉容器内を油回転ポンプで15Pa程度に真空引きしながら、基板を300℃に加熱した。5分後に真空引きを停止してから密閉容器内に回復ガス(空気)を流し、電流値が安定した時間から電流値の記録を開始した。一定時間が経過した後に、空気から検出対象ガスに切り替えた。さらに一定時間が

経過した後に、回復ガス(空気)を流し、ガスセンサからの出力電流値が戻るまで測定を継続した。各ガスの流量を50ml/minとした。マスフローコントローラーの流量値設定と電磁バルブの開閉、電流値の測定・記録を自動化プログラムで行った。

2.3 センサへのガス導入方式

図4に従来のガス導入方式と我々が提案する新しいガス導入方式におけるガス導入バルブAとBの開閉動作(a)とセンサ出力電流(b)の模式図を示す。図4(a)の上部に示すように、従来のガス導入方式では、ガス排出バルブを開いた状態で、ガス導入バルブAを閉じ、Bを開くことで空気を流す。一定時間の経過後、ガス導入バルブBを閉じ、Aを開くことで空気から検出対象ガスへ切り替える。図4(b)に黒い破線で示したセンサからの出力電流値がほぼ一定になる時間経過後、ガス導入バルブAを閉じ、Bを開くことで検出対象ガスから回復ガス(空気)に切り替える。その後、検出対象ガスを流す前の出力電流値になるまで空気を流す。ほぼ一定になった出力電流値が濃度を反映しており、その値で濃度を同定する。

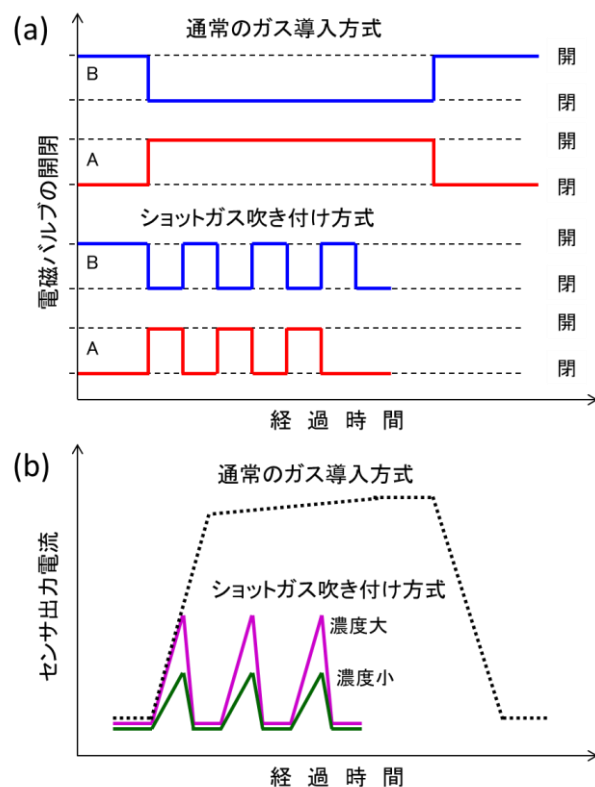


図4 従来のガス導入方式とショットガス吹き付け方式におけるガス導入バルブAとBの開閉動作(a)とセンサ出力電流(b)の模式図

一方、我々が提案する新しいガス導入方式では、図4(a)の下部に示すように、検出対象ガスを流すためのガス導入バルブAと回復ガス(空気)を流すためのガス導入バルブBの開閉を短時間、複数回交互に繰り返しながら、ガスセンサからの電流出力を測定すると図4(b)に実線で示す電流出力が得られる。電流出力のピーク値が濃度に依存しており、その値で濃度を同定する。ここで、ガス導入バルブAは、ガスセンサからの電流出力がほぼ一定になるまでの時間より短い時間、開かれる。

また、ガス導入バルブBは、検出対象ガスを流す前の出力に戻る時間まで開かれる。ガス導入バルブを短時間開閉することで微量な検出対象ガスと回復ガス(空気)が交互にガスセンサに吹き付けられるため、本方式をショットガス吹き付け方式と呼ぶ。センサからの出力電流値がほぼ一定になる前にセンサ出力を回復させる空気を流すため、測定時間が短く、測定に使用するガス量が少ない。また、複数回測定した結果を平均することで精度が向上すると考えられる。

本報告の実験では、検出対象ガスを窒素で希釈された一酸化炭素とした。従来のガス導入方式では、図3(a)に示したガス導入バルブAとBが閉じられた状態から、ガス導入バルブBを開いて空気流した。10秒後にガス導入バルブBを閉じると同時にガス導入バルブAを開いて一酸化炭素を流した。100秒後、ガス導入バルブAを閉じ、同時にガス導入バルブBを開いて空気を100秒間流した。ショットガス吹き付け方式では、ガス導入バルブAとBが閉じられた状態から、ガス導入バルブBを開いて空気を10秒間流した後、ガス導入バルブBを閉じると同時にガス導入バルブAを開いて一酸化炭素を2秒間流した。その後、ガス導入バルブAを閉じ、同時にガス導入バルブBを開いて空気を2秒間流した。このサイクルを12回繰り返す間、出力電流値を測定した。さらに、一酸化炭素と空気をそれぞれ1秒間流すサイクルを13回繰り返す間、出力電流値を測定した。

3 実験結果

3.1 作製したガスセンサの構造

図5に作製したガスセンサの外観写真(a)と線幅100 μm と1,000 μm のガスセンサのセンシング部付近を拡大した光学顕微鏡像(b)を示す。図5(b)に矢印で示した部分が酸化チタンナノチューブ薄膜のセンシング部である。

図6にALD法で白金微粒子を担持したガスセンサの

センシング部である酸化チタンナノチューブ薄膜の表面(a)と断面(b)の走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope; SEM)像を示す。図6(a)に示した表面のSEM像に観察される円形の黒いコントラストが酸化チタンナノチューブの穴で、その直径は60nm程度であった。図6(a)と(b)に白いコントラストとして観察される粒子がALD法で担持させた白金微粒子である。本稿には示していないが、50万倍で観察したSEM像から、白金微粒子の粒径が約10nmであることがわかった。さらに、図6から、白金微粒子が薄膜の上面及びナノチューブの内壁に均一に担持されていることがわかる。

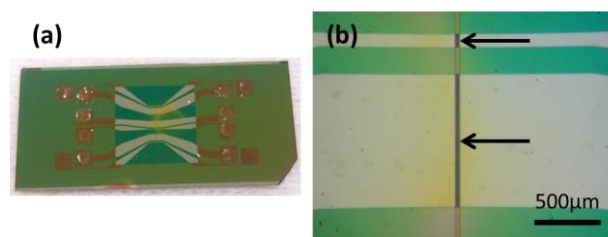


図5 作製したガスセンサの外観写真(a)と感ガス部付近を拡大した光学顕微鏡像(b)

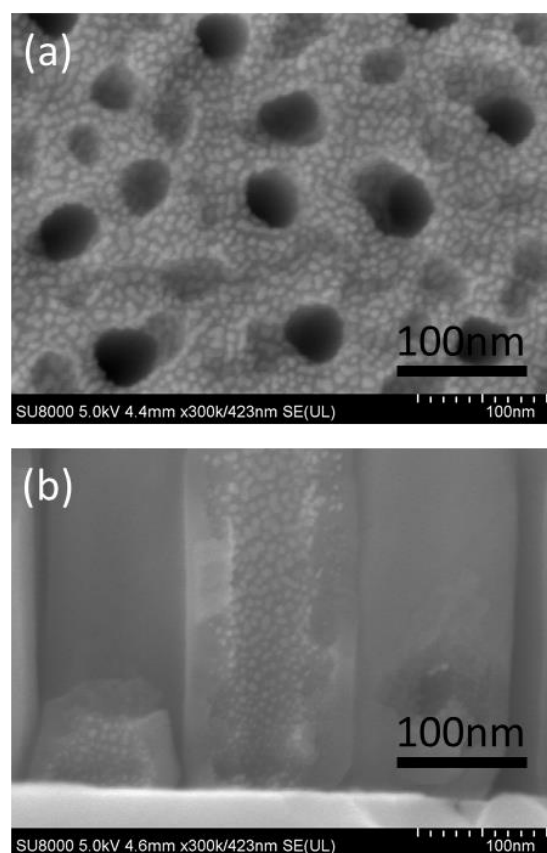


図6 白金微粒子を担持した酸化チタンナノチューブ薄膜の上面と断面の走査型電子顕微鏡像

3.2 従来のガス導入方式とショットガス吹き付け方式でのガスセンサ特性

図7に粒径10nmの白金微粒子を担持したガスセンサで従来のガス導入方式(a)とショットガス吹き付け方式で一酸化炭素と空気をそれぞれ2秒(b)と1秒(c)吹き付けて測定した出力電流値の変化を示す。従来のガス導入方式で出力電流が一定になる値が濃度に応じて変化すると同様に、ショットガス吹き付け方式では、出力電流のピーク値が濃度に応じて変化しており、図7(c)に示した1秒間のガス吹き付けでも、濃度の違いによる出力電流値の違いが測定可能であることがわかる。従来のガス導入方式で、出力電流値がほぼ一定になるまで、ガス導入バルブAを開いて一酸化炭素を流した経過時間0秒から、約90秒の時間を要する。

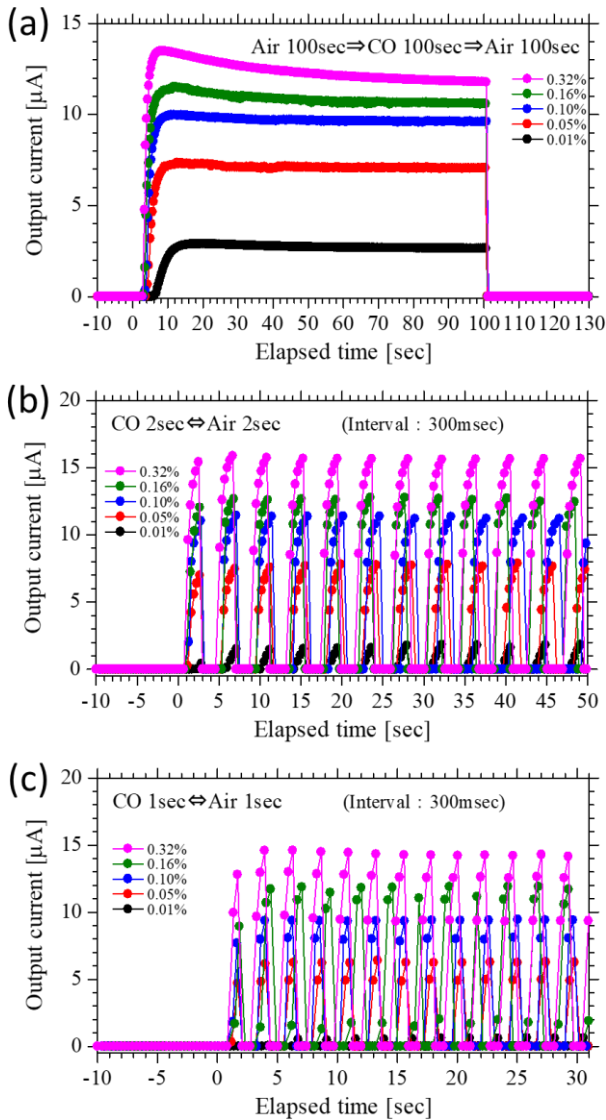


図7 従来のガス導入方式(a)とショットガス吹き付け方式[(b)と(c)]で測定した出力電流値の変化

一方、図7(b)と(c)に示すショットガス吹き付け方式では、1回の測定に要する時間は、それぞれ5秒と3秒である。1回目のピーク値が2回目以降よりも小さくなっているのは、測定開始直後に、ガス導入バルブA下流側のガス導入配管中に残留している空気が混合して一酸化炭素濃度が低下していることが原因である。

表2に2回目以降のピーク5個の電流値の平均と標準偏差を各一酸化炭素濃度について示す。標準偏差が非常に小さく、繰り返し測定の再現性が高いことがわかる。図8に一酸化炭素濃度とピークの電流値の平均との関係を示す。電流値が濃度に対応して変化しており、ショットガス吹き付け方式でガス濃度測定が可能であることを示唆している。窒素希釈された一酸化炭素では、濃度0.01%まで同定可能であった。

今回の実験では、一酸化炭素濃度を測定する時間が最大で2秒と短いため、一酸化炭素濃度0.01%以下の測定が困難であった。濃度測定する時間を5秒程度まで増やせば、測定時間の短縮を実現したまま、低濃度の測定が可能であると考えられる。

表2 2回目以降のピーク5個の電流値の平均と標準偏差

一酸化炭素濃度 [%]	CO 2sec↔Air 2sec		CO 1sec↔Air 1sec	
	平均値 [μA]	標準偏差 [μA]	平均値 [μA]	標準偏差 [μA]
0.01	1.526	0.047	0.511	0.024
0.05	7.654	0.123	6.243	0.081
0.10	11.379	0.024	9.357	0.016
0.16	12.665	0.062	11.739	0.150
0.32	15.712	0.086	14.485	0.102

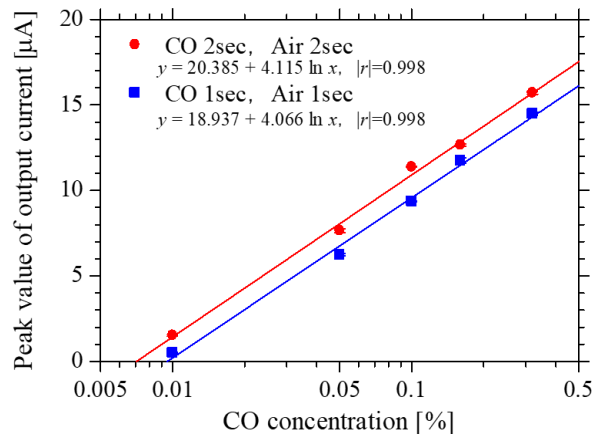


図8 ショットガス吹き付け方式で測定した出力電流値のピーク値の変化

4 結言

開発中のガスセンサの測定時間短縮のため、新しいガス導入方式であるショットガス吹き付け方式によるガス濃度測定方法を提案し、その性能を検証した。窒素希釈された0.01%から0.32%の一酸化炭素と回復ガスである空気をそれぞれ1秒間流し、ガスセンサからの出力電流を測定した。その結果、1秒間のガス吹き付けでも、一酸化炭素濃度の違いによる出力電流値の違いが測定可能で、0.01%の濃度まで同定可能であることを示した。従来のガス導入方法では、濃度の同定に約90秒を要するが、ショットガス吹き付け方式では、最短3秒で濃度同定が可能である。

今後、ガスセンサとしてのさらなる性能向上を図るとともに、高度で迅速な診断に不可欠な呼気診断等の医療健康機器への応用をめざす予定である。

謝辞

本研究における実験は、東北大学電気通信研究所附属ナノ・スピン実験施設及び東北大学マイクロシステム融合研究開発センターで行われました。ALD法での白金微粒子担持に関しては、東北大学マイクロシステム融合研究開発センター 森山雅昭助手、(株)テクノファイン 引地広介博士、(株)メムス・コア 千葉賢氏、幸坂康之氏に技術的な支援をいただきました。また、酸化チタンナノチューブに担持した白金微粒子のSEM観察に関しては、東北大学電気通信研究所研究基盤技術センター 阿部真帆氏に技術的な支援をいただきました。皆様方に深く感謝いたします。

本研究の一部は、(国研)科学技術振興機構(JST)研究成果展開事業 研究成果最適展開支援プログラム(A-STEP) 機能検証フェーズの助成を受けて行われました。

参考文献

- 1) 野津哲生. 電子の鼻が社会を変える 五感センサーの最後のフロンティア. 日経エレクトロニクス. 2015, 6, p. 60-69.
- 2) 植田秀雄, 小橋恭一. において疾病-生体ガス測定から何が拓けるか. において・かおり環境学会誌 2005, 36 (5), p. 270-274.
- 3) 阿部宏之, 馬騰, 但木大介, 平野愛弓, 木村康男, 庭野道夫. 酸化チタンナノチューブ型高感度ガスセンサの開発. 東北福祉大学 感性福祉研究所 年報. 2018, 19, p. 67-77.
- 4) Kimura, Y. ; Itoh, K. ; Yamaguchi, R. ; Ishibashi, K. ; Itaya, K. ; Niwano, M. Room temperature observation of a Coulomb blockade phenomenon in aluminum nanodots fabricated by an electrochemical process. App. Phys. Lett. 2007, 90(9), p. 093119-1 -093119-3.
- 5) Ishibashi, K. ; Yamaguchi, R. ; Kimura, Y. ; Niwano, M. Fabrication of titanium oxide nanotubes by rapid and homogeneous anodization in perchloric acid/ethanol mixture. J. Electrochem. Soc. 2008, 155(1), p. K10-14.
- 6) Kimura, Y. ; Kimura, S. ; Kojima, R. ; Bitoh, M. ; Abe, M. ; Niwano, M. Micro-scaled hydrogen gas sensors with patterned anodic titanium oxide nanotube film. Sensors and Actuators B 2013, 177, p. 1156-1160.
- 7) 阿部宏之, 馬騰, 但木大介, 平野愛弓, 庭野道夫. 金属酸化物多孔質体を応用したガスセンサの開発. 宮城県産業技術総合センター研究報告. 2019, 16, p. 13-16.
- 8) 阿部宏之, 馬騰, 但木大介, 平野愛弓, 木村康男, 庭野道夫. 白金微粒子を担持した酸化チタンナノチューブ薄膜を用いた高感度ガスセンサの応答特性. 第36回「センサ・マイクロマシンと応用システム」シンポジウム. 2019, 19am3-PS3-51.
- 9) 阿部宏之, 岩田一樹, 馬騰, 但木大介, 平野愛弓, 木村康男, 庭野道夫. 集積化ガスセンサへの機械学習の適用. 第37回「センサ・マイクロマシンと応用システム」シンポジウム. 2020, 27P2-SS2-6.
- 10) Abe, H. ; Kimura, S. ; Ma, T. ; Tadaki, D. ; Hirano-Iwata, A. ; Niwano, M. ; Sensors and Actuators B 2020, 321, 128525.
- 11) Garcia-Alonso, D. ; Zardetto, V. ; Mackus, A. J. M. ; De Rossi, F. ; Verheijen, M. A. ; Brown, T. M. ; Kessels, W. M. M. ; Creatore, M. , Atomic layer deposition of highly transparent platinum counter electrodes for metal /polymer flexible dye-sensitized solar cells. Adv. Energy Mater. , 2014, 4, p. 1300831.
- 12) Yoo, J. E. ; Zazpe, R. ; Cha, G. ; Prikryl, J. ; Hwang, I. ; Macak, J. M. ; Schmuki, P. Uniform ALD deposition of Pt nanoparticles within 1D anodic TiO₂ nanotubes for photocatalytic H₂ generation. Electrochem. Commun. , 2018, 86, p. 6-11

【研究論文】

【平成30年度～令和2年度 地域企業競争力強化支援事業】

IoTを用いたモノづくり工程管理高度化のための要素技術開発

中居 倫夫, 小野 仁, 今井 和彦, 荒木 武, 小泉 協^{*1}, 高野 寛己, 林 正博,
高田 健一, 沼山 崇^{*2}, 坂下 雅幸, 佐藤 裕高
機械電子情報技術部
(*1現 新産業振興課, *2現 企画・事業推進部)

近年進展著しいIoT技術やロボット技術を活用してモノづくり企業の製造工程を高度化することは、製造歩留まりと製品品質を大きく改善し得る手法として期待され、企業の競争力を高める手法として取り組みが始まっている。当該技術を県内モノづくり企業の工程管理に導入することは、県内企業の競争力強化に大きく寄与できるものであるが、その一方で、中小企業においては、開発期間の短縮・開発リスクの低減への要求から、導入の取り組みに時間を割けない現状である。

そこで、今後、企業での導入が本格化すると予想されるIoT技術について、当センターが先導的な技術開発を行い、関連する領域の基盤技術を確立することで、中小企業の効率的なIoT導入の支援につなげることが可能になる。このような目的のもと、本研究は、モノづくり企業のIoT化推進を促進する技術領域の要素技術開発として取り組まれた。①工程の見える化 ②設備保全の無線センサ化 ③工場内電磁ノイズ(EMC)対策 の3つの領域について、企業連携や産学官連携を活用して実施された研究成果について以下にまとめる。

キーワード：製造工程スマート化, IoT化, 工程監視, 設備保全, 無線ネットワーク, 振動発電, 電磁ノイズ, EMC

1 緒言

近年のIoT技術の進展に伴い、モノづくり企業の製造工程にIoT技術やロボット技術を導入して工程を高度化し、製造歩留まりと製品品質を大きく改善するシステムが注目されている。このような中、当センターでは地域企業と連携して、産学官連携のもと、企業のIoT化を推進する目的で本研究に取り組んだので報告する。

本研究では、モノづくり企業の製造工程に適用するIoT技術として、以下の3課題に取り組んだ。

- [1] 工程における加工直後の仕掛品の全数検査を可能にするセンシング技術(「モノづくり工程の見える化」)
- [2] 工場内で可動しているモータ等動力装置の設備保全の無線センサ化(「設備保全の無線センサ化」)
- [3] IoT無線システムを正常に動作させるための工場内の電磁ノイズ(EMC)対策(「工場内電磁ノイズ(EMC)対策」)

これらの技術は、県内モノづくり企業の工程管理に導入することで、製造工程のIoT化と高度化に大きく寄与できる技術である。中小企業では開発期間の短縮や開発リスク低減が求められており、今後、企業での導入が

本格化すると予想されるIoT技術について、当センターが先導的な技術開発を行うことで、製造工程をスマート化するための基盤技術を確立し、効果的な中小企業のIoT化支援につなげることを目的に実施した。

本論文は、前述の3つの課題の各々を1つの章として構成するとともに、課題毎のサブテーマを節として構成して報告している。既に公開された論文等の内容については、概要を示すにとどめ、公開文献をリファレンスとして表記している。

2 モノづくり工程の見える化

本課題では、これまで目視検査で行われていた製品検査を自動化/IoT化することを目的に、工具割れ等の破片が製品内に混入したことを検出する異物検査システムの開発、そして、画像処理を用いた製品外観検査技術の開発を実施した。ここでは、製造工程の途中で、ベルトコンベヤ等で搬送中の製品を全数検査できる、非破壊検査と外観検査とを複合化した検査システムの実現を開発イメージとして取り組んだ。以下に各サブテーマの研究成果を示す。

2.1 磁気式異物検査装置の開発

2.1.1 静磁場方式の異物検査装置(開発の概要)

粉碎機や加工工具の破片など製造装置の微少な欠損部材を検出することは、製造品への異物混入による不良品発生を防ぐほか、製造装置の破損発生を迅速に検出して不良品の拡大を防ぐ目的でも重要である。本研究では、このような磁性破片を検出するための静磁場式検査装置の実現を目指している。静磁場方式は、渦電流が測定の妨げになる金属管体内部や電気回路基板上、あるいはこれに隣接した領域の検査が可能である。この開発では、ベルトコンベヤを流れる小型の製品と、大型の樹脂部品やアルミ鋳物の製品検査に対応できるものと、2種類の検査装置のプロトタイプを開発したので報告する。

2.1.2 開発の内容と成果

はじめに、提案する磁気式異物検査装置の概要を示す。図2-1-1に装置の概略を示す。本装置は強い磁場領域中に被検査物を通過させて異物を磁化させると同時にこれをセンサで検出する。異物が強磁場領域を通過する際、磁場で磁性異物が磁化されてここからの漏れ磁場が生じる。提案装置の磁気センサは薄膜軟磁性体で作製されたセンサであることから、膜厚方向の反磁界の効果に起因して膜厚方向に印加された磁場が相殺されてセンサが感じる磁場は見かけ上小さくなる。この効果を利用して装置の強磁場中に置かれたセンサの膜面法線方向と印加磁場の方向が一致するように配置することで、強磁場の中にありながら高感度を維持した検出装置が構築可能である。

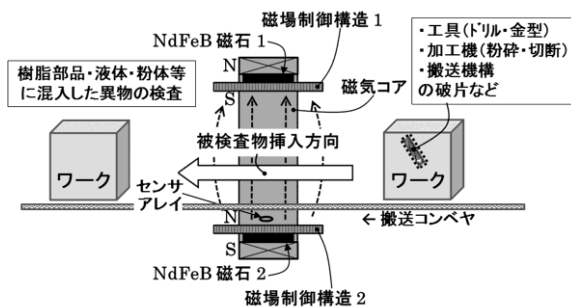


図 2-1-1 異物検査装置の概念図

図2-1-2は、垂直方向磁場の発生に磁石を使い、これを口の字型の磁気コアの上下両側に配置することで検出領域に強い磁場を発生させる磁場発生装置と薄膜磁気センサを組み合わせた検査装置の主要部を示した図である。本図の検出領域は、口の字型の内側になる。薄膜センサは、磁石の磁極面の直上部に、膜面と磁場方向が直角になるように配置してある。NdFeB磁石の表面磁束密度は最大で0.55T程度であるが、一般的な平板形状では0.35T程度以下であるため、ここで使用するセンサは性能的に磁石面の直上に設置可能である。この確認実験は、図2-1-3と図2-1-4に示す実験装置を用いて行われ、別報にまとめている¹⁾。このセンサの配置は、上下方向の検査領域を広く取る意味でも有効であり、磁化した異物を最大磁化位置の直近で検出できるため高感度化できる。このことは、広い領域で微細な異物を検出する目的に適していることを意味する。

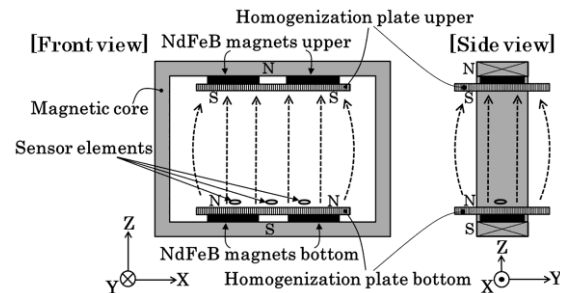


図 2-1-2 異物検査装置の主要部の構造

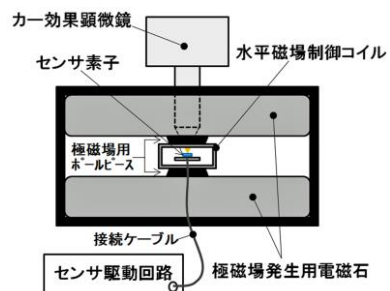


図 2-1-3 強磁場中のセンサ特性評価装置概略図¹⁾

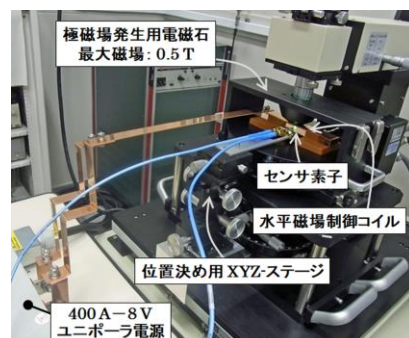


図 2-1-4 強磁場中のセンサ特性評価装置写真¹⁾

著者らは、センサ膜面に垂直方向の強磁場を印加しても感度を失わない磁気センサとして、高感度な薄膜磁気インピーダンスセンサ¹⁾を用いている。このセンサは、微細成形した薄膜の微小ストリップに高周波を通电して、センサに印加された外部磁場の变化を素子のインピーダンス変化として検出するセンサである。センサ素子は、当センターのクリーンルームで試作した。センサ素子の試作工程は、実用化の際にスムーズに企業移転できるよう、良好なセンサ特性が再現性良く試作できるプロセス条件を検討してある。

センサ素子に通电する高周波は、数百MHzの高周波でセンサ感度が最高感度になるため、この周波数でセンサを駆動してインピーダンスの変化を電圧出力の信号として出力するためのセンサ駆動回路を提案した²⁾。ここでは、400MHzの高周波信号を1段で検波して振幅に比例した電圧信号を出力できるログアンプ(Logarithmic amplifier)を活用して、シンプルな構成の回路でnT(ナノテスラ)オーダーの磁場変化をリアルタイムの磁場波形として観測できるセンサ駆動回路を開発した。特性インピーダンスを適正值に調整した高周波プリント基板に実装されたセンサ素子の写真を図2-1-5に、センサ駆動回路のブロック図を図2-1-6に示す。本研究では、これらを用いてシステム構築した。センサ駆動回路の詳細は参考文献2)にまとめている。

図2-1-2の磁気式異物検査装置を構築する際に、強磁場のレイアウトが高感度センサの配置に大きな影響を与える。例えば、本図の磁石配置では、片側に2個のネオジウム磁石を配置しているが、個々の磁石の縁辺部で

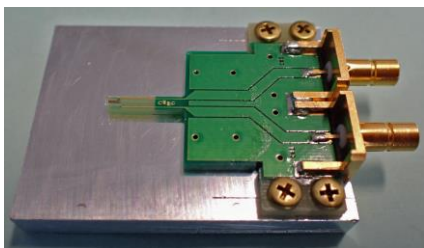


図 2-1-5 基板に実装されたセンサ素子の外観

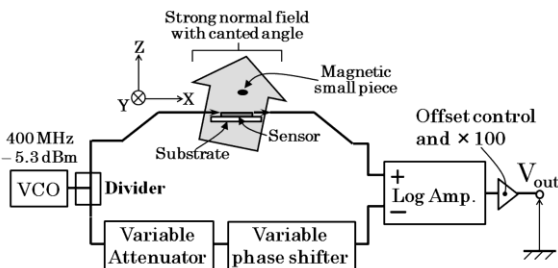


図 2-1-6 センサ駆動回路のブロック図²⁾

はエッジ部の効果により磁場の乱れが発生する。この部分では強い磁場がセンサの検知方向や膜面の横方向から入射するため、センサ素子には過酷な状態となってセンサ感度を維持できない。この問題を解決するために、磁石上に磁場均一化板を設置することが有効であることを示した。磁場均一化板の有効性を示す図を図2-1-7に示す。本図は磁場ベクトルが鉛直方向に揃っている様子を示している。この技術に関しては特許出願している³⁾。

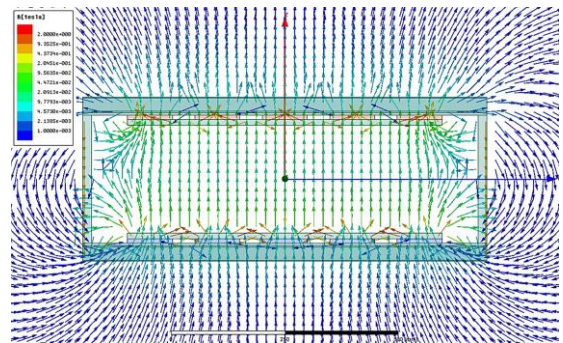


図 2-1-7 磁場均一化板の有効性を示すベクトル図(磁石 5 個の場合)

これら3つの開発技術を組み合わせて、磁性異物の混入を検査する装置を構築した。図2-1-8は検査領域の開口幅が250mmの小型部品用検査装置の磁場発生装置とセンサである。この装置には、磁場均一化板の直上に3チャンネルのセンサが60mm間隔で配置されており、これらのセンサで、数ミリメートル立方程度の工具鋼破片であれば、検査領域である開口幅250mmの通過を見逃し無く検知できることが示されている。

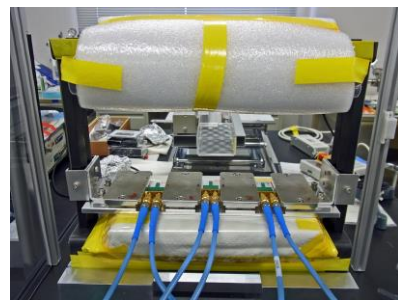


図 2-1-8 磁場発生機構とセンサ(装置主要部)

図2-1-9は、搬送コンベヤを一体化した検査装置のプロトタイプである。ここで使った搬送コンベヤは、安価に購入できる汎用品のコンベヤであり、ボディはアルミ製、搬送ベルトは樹脂製、磁気センサのある測定部と反対側のコンベヤ端部に出力25Wのスピードコントロール可能なモータが一体化されている。回転ローラーの

ベアリングとボルト・ナット類は磁性のある鋼製である。ネオジム磁石を用いた強磁場の発生機構と3チャンネルの高感度磁気センサの位置関係は、磁場の乱れに敏感であるが、本装置では、コンベヤの設置の前後でセンサ位置の調整を行わなくても問題なく装置が動作したことから、コンベヤによる磁場の乱れは影響が無視できる程度であり、システム構築に問題にならないことが確認された。



図 2-1-9 コンベヤを一体化した検査装置プロトタイプ(開口幅 250mm の小型装置)

この検査装置に、工具鋼破片(φ4.5×H5.0mm)を通過させた場合のセンサの出力波形を図2-1-10に示す。図に示す山と谷のある波形は鉛直方向に磁化された磁性体が水平に通過した場合にセンサで検知される磁場信号の特徴である。本センサ検出回路では、センサ出力がおおよそ0.1Vで検出した磁束密度1mG(10⁻⁷T)に対応することから、本図の測定条件では、図のPeak levelで約10mG(10⁻⁶T)の磁場信号が検出されている。この場合の工具鋼破片の通過高さは、均一磁場板を基準にして80mmである。

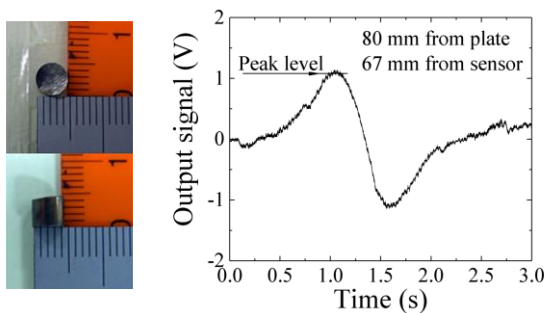


図 2-1-10 工具鋼破片と検出波形⁴⁾

この工具鋼破片について、通過高さでセンサ出力の関係を示した図が図2-1-11である⁴⁾。本図から、高さ方向も100mm程度までの広い範囲で検出可能であり、口の字型の磁場発生機構の上下にセンサを設置すれば開口領域全体を検査可能であることが推測できる。

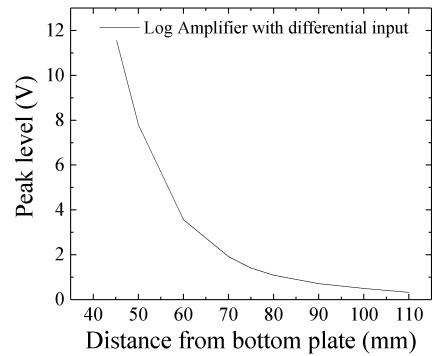


図 2-1-11 検出波形の Peak level の試験片高さ依存性⁴⁾

図2-1-12は、開口幅900mm、開口高さ210mmの大型の試作装置の写真である。本装置は磁場発生部にW100mm×D100mm×T20mmのネオジム磁石を6個×3列=18個を上下に配置して、合計36個の磁石を使用している。この装置では、開口部内部にある上下の磁場均一化板の間隙部における幅600mm×奥行き400mm×高さ140mmの領域内部で、370G±10%の均一な磁場が形成されており^{5)、6)}、この装置を使うことで、図の写真に示すような大型複雑形状のアルミ鋳物内部にある工具鋼や金型鋼の破片を検出できることを実証した⁷⁾。

現在、このシステムに設置したセンサは1チャンネルのみであるが、装置の磁場分布は多チャンネルをアレイ状に設置できる構造になっており、今後は、複数のセンサを取り付けて、これらからの信号を演算することで、異物の位置・サイズの検出を実現するなど、システムの完成度を高めていく所存である。



図 2-1-12 開口幅 900mm の大型の試作装置写

今後は、開発した検査装置の更なる用途開発を行い、応用領域を拡大する普及活動を行う予定である。

(本節の文責 中居 倫夫)

2.2 画像処理式外観検査

画像処理式外観検査の分野では、目視による外観検査工程での熟練技術者の勘と経験に頼った判別を定量化・自動化するため、分光画像計測技術に着目し、令和元年度に「AI併用型ハイパースペクトルカメラ」(エバ・ジャパン(株)製NH-8及びSIS-I, Future Processing社製Adaptive Vision Studio)を導入した。具体的な技術支援への活用と展開に向けて、ハイパースペクトルカメラとAIの連携によるインライン検査を想定した外観検査技術を開発した。

図2-2-1に開発したシステムの模式図を示す。外観検査用AIシステムでは、製造ラインのベルトコンベア上を流れてくる製品のインライン検査を模して、自動回転ステージ上に複数の模擬サンプルを設置し、マシンビジョン用の汎用カメラ(Basler製acA2440-20gc)真下を通過するタイミングに同期して画像を撮影しNGサンプルを検出することが出来る。検出に当たっては、AI画像処理ソフトウェアを用いて、事前に撮影した類似のNGサンプルの特徴をDeep Learning(以降、DL)で学習させておくことで、ルールベース処理と組み合わせた柔軟な検査が可能である。

ここで、検出精度を向上するには、光学系を工夫し、NGサンプルの異常部分が明瞭に撮影された画像を取得し学習させることが極めて重要であるが、異常部分が測定波長に応じて急激に変化する反射特性をもつ場合、図2-2-1下側のようにハイパースペクトルカメラによる分析を通じて適切な波長フィルターを選定し、AIシステム側の汎用カメラに装着することが、コストや検査速度の面も含め有力な選択肢となる。

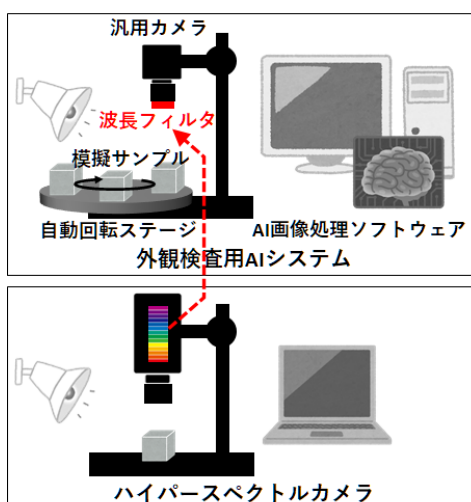


図 2-2-1 開発したシステムの模式図

以降、開発したシステムによる具体的な外観検査事例を示す。図2-2-2のように、外観検査用AIシステムの自動回転ステージ上に模擬サンプルとして端子ボックス部品8個を設置し、うち1個は外観NG品として中央部分にX字状の疑似汚れを付着させているが、この汚れは透明に近いため目視や汎用カメラでは良く見えず、ルールベース処理では閾値の設定が困難で、AI画像処理ソフトウェア(Adaptive Vision Studio)のDLで学習させた場合でもOK品として誤判定してしまう。

検出精度の改善に向けて、ハイパースペクトルカメラ(NH-8)にてNGサンプルに付着した汚れの波長特性の分析を試みた。本カメラは波長範囲380-1,000nmにおける5nm毎の輝度画像を1スキャンで一度に取得できるが、その中から一例として2つの波長での輝度画像を図2-2-3に示す。波長500nmでは汚れ成分は全く見えないが、波長400nmではX字状の汚れが黒く鮮明に見えており、この汚れが同波長で吸収を持つことを示している。

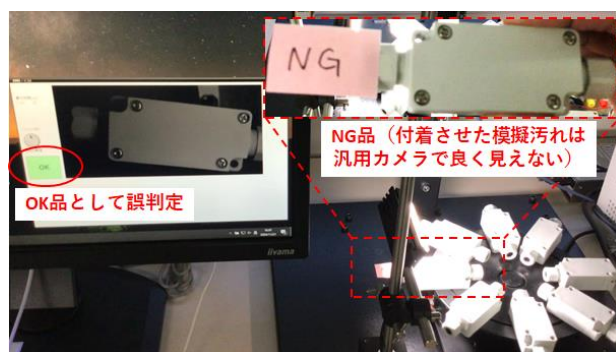


図 2-2-2 外観検査事例(波長フィルタ適用前)



図 2-2-3 ハイパースペクトルカメラでの分析

この分析結果を踏まえて、外観検査用AIシステムの汎用カメラに中心波長400nmの波長フィルター(Edmund Optics製OD4.0 25nm バンドパスフィルター)を装着し、改めて類似のNGサンプルを撮影しDLで再学習させた上で、同様の外観検査を試みた。

結果、図2-2-4に示す通り、NGサンプルを正しく判定することができ、その判定根拠となる部分も図2-2-3の400nm輝度画像による汚れ部分と合致している。なお、残る7個のOKサンプルについても、全て正しく判定することができている。

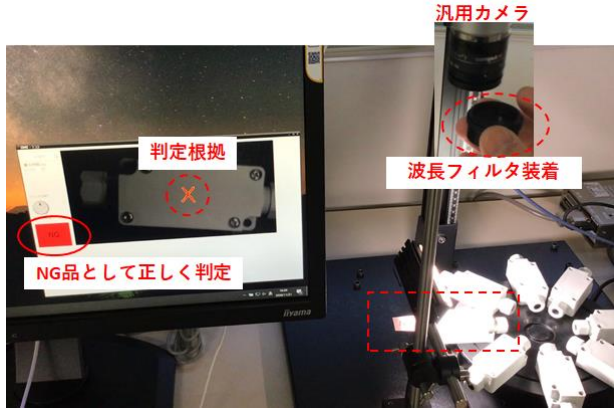


図 2-2-4 外観検査事例(波長フィルタ適用後)

以上、ハイパースペクトルカメラとAIの連携による、インライン検査を想定した外観検査技術を開発し、その有効性を確認した。今後、よりDLが効果を発揮するような多様なサンプルを追加測定し検査精度を詳細に検証することで更なる性能向上を図り、得られた知見やノウハウを企業支援に活用する予定である。

(本節の文責 荒木 武)

3 設備保全の無線センサ化

本課題では、設備保全のIoT化を推進することを目的にして無線センサを活用するための要素技術開発を行った。具体的には、IoT体験キット⁸⁾をモジュール化し、それらを組み合わせた各種の低消費電力型の無線ユニット提案。IoT体験キットと組み合わせ容易な環境発電ボードの開発。そして、環境発電体の価値を高める一体化環境発電ユニットの開発を行った。また、高効率な振動発電セルとして磁歪発電と電磁誘導を複合化した発電構造を提案した。

3.1 IoT体験キットのモジュール化と普及

3.1.1 IoT体験キットのモジュール化

本研究では、無線センサとして、コイン電池で動作し、無線デバイス及びセンサの変更が容易な IoT 体験キットを用いたが、その改良も行った。

ハードウェア面では、当初はブレッドボード上で部品

を組み合わせていたのに対し、電源、センサ、マイコン、無線デバイス毎に専用の基板を設計し、これらのインターフェースを共通化することにより、コンパクト化、堅牢化、使いやすさの向上を実現した(図 3-1-1)。

オプション

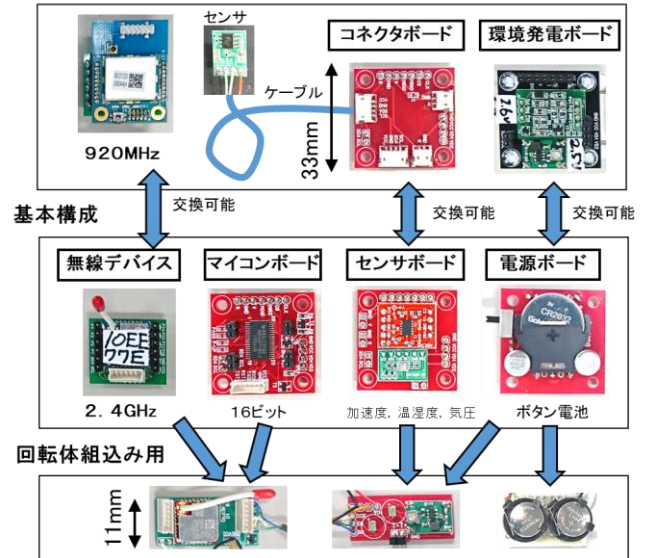


図 3-1-1 改良した IoT 体験キットの各モジュール

ソフトウェア面では、基本仕様、ON/OFF検知用、高速測定用の3種類のバリエーションを構築した⁹⁾。また、得られた多数のデータを可視化するための手法を開発した¹⁰⁾。

これらの改良により、使用目的に応じた多様な展開が可能となった。

3.1.2 モジュール化した IoT 体験キットによる展開

3.1.2.1 屋内の温湿度計測

宮城県林業技術総合センターと共同で室内の長期間に渡る温度計測を実施した(図 3-1-2)。

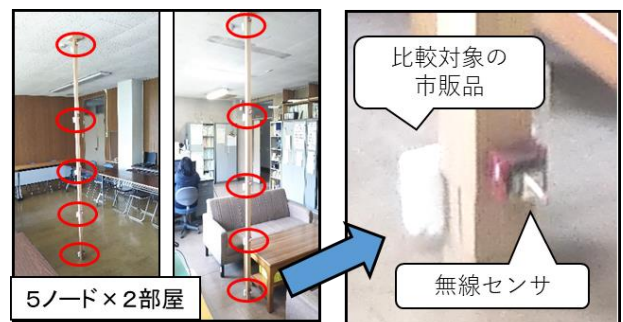


図 3-1-2 林業技術総合センターでの設置状況

この計測では基本構成のIoT体験キットによる無線センサを用い、100秒に1回の温湿度測定を行うことにより、複数年に渡る測定を実施中である。

3.1.2.2 恒温恒湿槽内の温度分布計測

当センターの恒温恒湿槽内の温度分布を計測した。この計測では150℃の温度に耐えられるセンサ部のみを恒温恒湿槽内に設置する必要があったので、無線センサはIoT体験キットのセンサボードをコネクタボードに変更し、コネクタボードにケーブルを介して温度センサを取り付ける仕様とした(無線温度計測システム)。本計測結果については、参考文献11にまとめている。

3.1.2.3 工場内の機器のON/OFF計測

東北特殊鋼(株)と共同で、工場内の機器の稼働状況の見える化を試行中である。これは、工場内に複数ある熱処理炉の稼働状況を遠隔からモニタリングすることにより、管理コストの低減を目指すものである。

無線センサは、IoT体験キットのセンサボードをコネクタボードに変更し、コネクタボードから伸ばしたケーブルをシグナルタワーに直接取り付けて機器のON/OFF情報を取り出している(図3-1-3)。

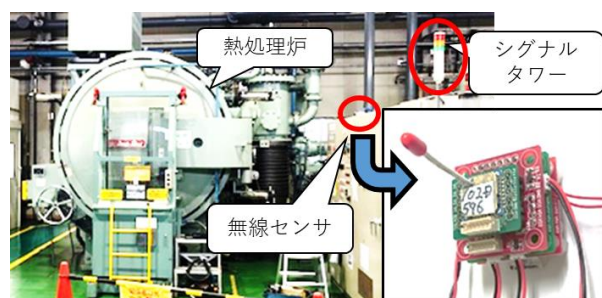


図 3-1-3 熱処理炉のモニタリング状況

3.1.2.4 回転式工具ドリル先端部の温度測定

当センターの切削加工装置のドリル先端部の温度計測を実施した。この計測ではドリル先端部という狭小な領域の温度を測定するため、中央に穴の開いたドリルを利用し、この中に超小型の熱電対を配置した。無線センサはドリルのツールホルダ内に配置できるようにIoT体験キットを再設計し、さらにコンパクト化した回転体組込み用の構成を開発した。ソフトウェアも高速測定用に仕様変更した⁹⁾。本計測結果については、参考文献12にまとめている。

3.1.3 環境発電ボードの開発

モジュール化したIoT体験キットを環境発電により動作させるため、環境発電ボードを開発した。

環境発電ボードの回路の一部には、当センターが開発した蓄電回路¹³⁾を用い、発電体の発電電圧に応じて複数のVH(放流開始電圧)を選べるようにした。また、インターフェースはIoT体験キットの電源ボードと共通化した(図3-1-4)。

これにより、振動発電に限らず、温度差、室内光等、様々な発電源からの電力供給が可能で、かつ電源がボタン電池から簡単に交換できる無線センサが構築できるようになった。

3.1.4 環境発電ボードによる展開

福田結晶技術研究所(株)は、鉄ガリウム系の振動発電体を開発しているが、これを展示会等でデモンストレーションするための装置を必要としていた。

そこでIoT体験キットと環境発電ボードを組み合わせたデモンストレーション用の装置を開発し、技術改善支援により提供した。

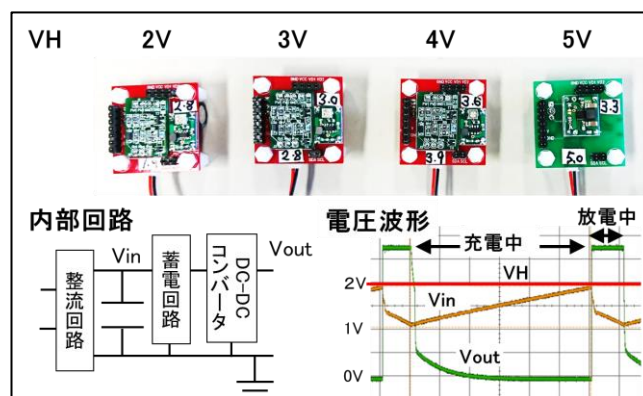


図 3-1-4 環境発電ボード

他に、東北大学産学連携先端材料研究開発センター等、環境発電とIoTが関係する4件の企業・機関からの技術支援の要望に対し、環境発電ボード単体、若しくはIoT体験キットとの組み合わせにより対応した。

3.1.5 環境発電ボードの環境発電体との一体化

環境発電体は、発電体の特性により発電する電圧や電流が異なり、また、振動の大きさにより発生する電力も様々である。一方でIoT機器に対しては、測定から無線送信を行うまでの1回の動作サイクルの間、一定の電圧

で電力を供給する必要がある。

環境発電体と環境発電ボードを一体化して環境発電ユニットとすることにより、環境発電体が手軽に利用できるようになり、発電体の価値が向上すると考えられる。

そこで、東北特殊鋼(株)と共同して、一体化環境発電ユニットの開発を行った。東北特殊鋼(株)からは、自社開発した鉄コバルト系磁歪発電体を活用したコンパクトな磁歪発電体が提供され、当センターでは、この発電体のケースに収められるように環境発電ボードのカスタマイズを行い、複数回の試行の後、ケース内に納める事に成功した(図 3-1-5)。

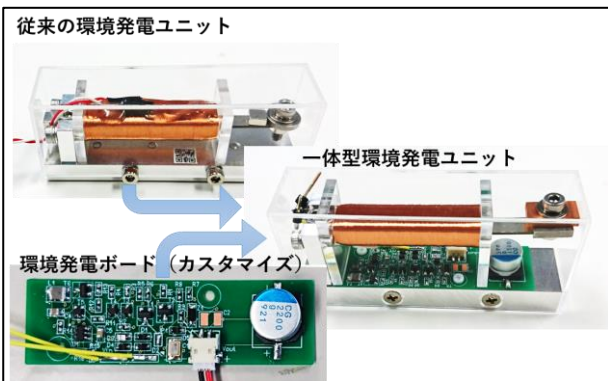


図 3-1-5 一体型環境発電ユニット

(本節の文責 小野 仁)

3.2 高効率な振動発電セルの開発

工場内部で使用される無線センサは、高所や狭隘部に設置されることも想定されており、センサや無線ユニットの動力源として電池を使った場合には、電池交換が困難になる可能性が指摘されている。本研究では、電池を使わずにユニットを設置した環境からエネルギーを回収する「エネルギーハーベスティング」の技術を使った無線センサユニットを開発すべく、高効率な振動発電セルの研究開発を行った。中規模の製造工場において、工場内におおよそ1,000台程度のモータが稼働していると言われており、本課題では、無線センサユニットの動作電力をモーターハウジングや製造装置、あるいは排気ファンの機械的振動から回収することを想定して研究開発を実施している。

3.2.1 提案発電セルの概要

機械振動から無線センサユニットの駆動電力を得るためのエネルギーハーベスティング装置として磁歪材料と電磁誘導を利用した発電セルの検討を行った。

図 3-2-1 に開発のイメージを示す。磁歪発電は、磁歪材で作られた振動梁に誘導コイルを巻いて、逆磁歪効果を用いて梁のひずみから電気エネルギーを回収する手法である。一般に、機械や設備の振動は、騒音の発生を抑えるために制振設計がなされていて、振動レベルは非常に小さい。このような弱い振動から無線センサユニットを動作させるのに十分なエネルギーを回収するためには、発電体の発電効率を高める必要がある。

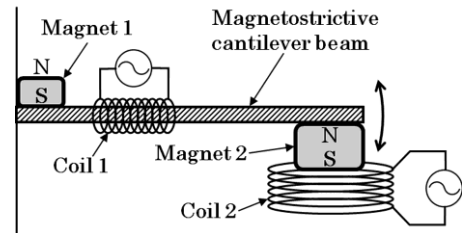


図 3-2-1 磁歪材料を用いた複合振動発電機構の概要¹⁴⁾

本提案では、磁歪発電の振動梁の先端に磁石と電磁誘導コイルを複合化させて、梁のひずみ(磁歪発電)と先端部の運動エネルギー(電磁誘導発電)の両方を活用した高効率発電の実現をめざしている。電磁誘導を利用した発電セルは、磁石とコイルというよく知られた組み合わせの発電体であるが、本研究では、磁場構造を工夫することで高い発電効率を実現している¹⁴⁾。磁歪発電は磁歪材料の性能で発電効率が決まり、様々な高効率な磁歪材料が提案されている。そこで、当センターでは、磁歪梁の先端に使う電磁誘導発電の高効率化に取り組んだ。以下では、それを報告する。

図 3-2-2 に本研究で提案する発電体の概略図を示す。図 3-2-3 は試作品の写真である。発電体は、リング状磁石の同じ磁極が対向するように配置して、これらを通る中心軸と背面フランジに高飽和磁束密度の軟磁性体を採用した構造になっている。発電コイルは、磁石を通る心棒を巻回す配置であり、このコイルと心棒は軸に沿って滑らかに摺動運動することが可能な構造になっ

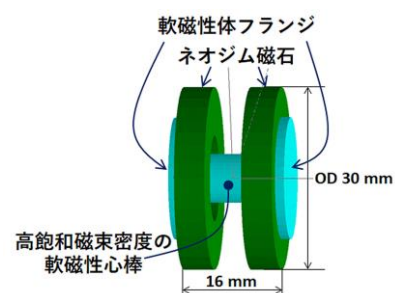


図 3-2-2 提案する電磁誘導式振動発電セル

ている。ここでは、磁石構造体とコイルを一体として「発電セル」と呼ぶことにする。

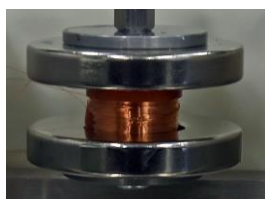


図 3-2-3 試作した発電セルの外観写真

3.2.2 開発の内容と成果

図 3-2-4 は、この発電セルの磁場構造に発生する磁束密度の強度分布である。これは、シミュレーション結果であり、実際に使用したネオジム磁石と軟磁性体の特性に近い磁気パラメータを選定して使っている。

図 3-2-5 は、図 3-2-4 と同じ発電セルの縦断面の磁束ベクトル分布のシミュレーション結果である。図4の矢印は磁束ベクトルの方向を表し、矢印の色が磁束の大きさを示す。磁束の大きさは、図 3-2-4 で示されるものと同じであることから、二つの図の色分布は一致している。

これらの図から、リング磁石の外側の面(フランジが接触している側の面)で発生した磁束は、心棒端部の軟磁性体フランジに吸収されて、高飽和磁束密度の心棒に誘導される。

この高飽和磁束密度の心棒内部では、磁束ベクトルは、おおよそ軸方向に平行になり、心棒の表面から漏出した磁束ベクトルは心棒表面におおよそ垂直方向に向いたベクトルとなる。この磁束は中心軸から放射状に広がって最終的にリング磁石の対極面で吸収される。この磁束ベクトルのレイアウトは、心棒磁性体の軸上で、軸に概ね平行な方向の磁束ベクトルを有しながら磁束強度が急峻に変化するものとなる。また、心棒から漏出した磁束線はコイルの巻き線に対して概ね直角方向に交差する。

図 3-2-6 に本発電セルの心棒の軸上に発生する磁束強度の分布図を示す。この図の磁束は発電コイルの内部を貫くものであるため、軸上を摺動するコイルにとっては、曲線の傾きに比例した磁束変化が生じることになる。コイルを貫く磁束 ϕ の時間変化は、 $V = d\phi/dt$ からコイルの起電力となるため、この発電セルにおいてコイルと磁石構造の摺動運動は、起電力を生じる。

以上が、提案する振動発電ユニットの発電原理となる。ここで、発電効率は、発電セルの心棒内部における軸

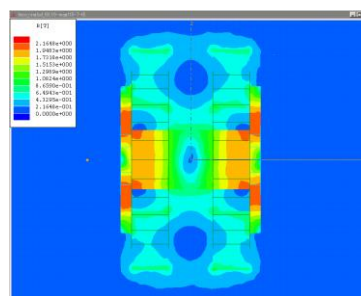


図 3-2-4 提案する振動発電セルの磁束強度分布

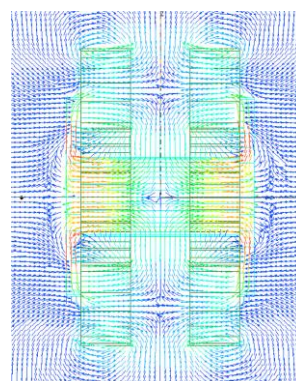


図 3-2-5 提案する振動発電セルの磁束ベクトル分布

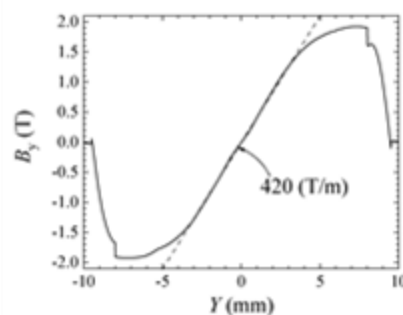


図 3-2-6 発電セルの心棒軸上の磁束強度分布¹⁴⁾

方向の磁束強度の傾斜、及び、振動の移動速度に比例することになる。振動の移動速度 v は、振動の周波数と振幅で規定され、振動の振幅を x_{MAX} 、振動の周波数を f とすると、

$$v = \frac{dx}{dt} = 2\pi f x_{MAX} \cdot \cos(2\pi f t)$$

となることから、振幅と振動周波数に比例する。

提案する構造では、図 3-2-6 のように中心軸上で 420 T/m の急峻な磁場勾配が形成されることから、中心軸を巻き回して軸方向に移動可能なコイルを配置することで磁石ユニットとコイルの相対運動から効率的に発電する機構が提案できる。提案構造で形成される磁場勾配は、

同サイズの円柱磁石の磁場勾配と比較して約 10 倍の勾配となるため、発電効率もこれに比例して 10 倍程度の高効率を実現している。すなわち、本提案構造は、同サイズの円柱磁石とパンケーキコイルとの組み合わせに比して 10 倍の発電効率を有することになる。

図 3-2-7 にこの発電体と板バネで構成した振動発電ユニットの試作品を示す。板バネの選定とばねの支点間隔距離の設定は、この発電ユニットが東日本の商用電源周波数で振動する装置への装着を目標ターゲットに設定にしたことから、発電セルがおおよそ 50Hz の振動周波数で共振振動するように設計されている。

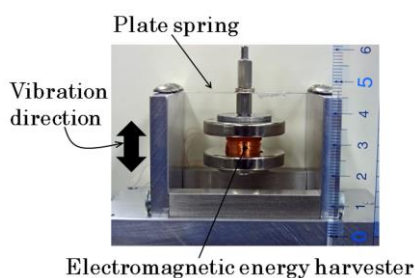


図 3-2-7 板バネを用いた振動発電ユニット外観

図 3-2-8 に図 3-2-7 の発電ユニットを加速度 0.15G (1.47m/s^2) の共振周波数で振動させた場合に生じる発電電力を示す。図表の横軸は接続する出力抵抗の抵抗値である。この発電体に接続する出力抵抗を最適化することで 0.15G (1.47m/s^2) という小さな振動加速度において 1.2mW の出力電力が観測された。本研究の詳細については、参考文献 14 に示し公開している。

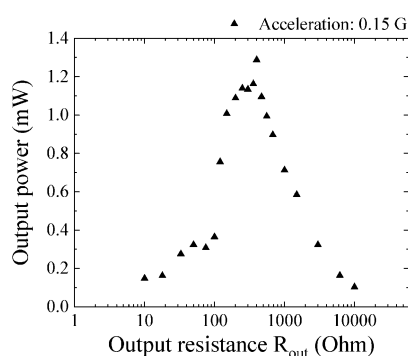


図 3-2-8 試作発電ユニットの発電電力の出力抵抗依存性¹⁴⁾

本研究の研究期間では、発電セルの発電効率の評価までに止まったが、従来の電磁誘導方式に比べて約 10 倍の効率を有することから、今後は用途開発を行って、その用途に応じたサイズと振動構造の提案を行っていきたく考えている。本発電セルは、磁歪発電と比較し

て、少ないコイル巻き数で発電できることから、出力インピーダンスを低く設定できて、電流が多く取れる蓄電効率の高い発電セルを提案できる。本発電セルは、電池を使わない無線センサシステムの構築に有効な振動発電の一手法として広く普及していきたく考えている。

(本節の文責 中居 倫夫)

4 工場内電磁ノイズ(EMC)対策

4.1 工場ノイズの実際と取組みの概要

IoTセンサネットワーク技術の普及に伴い、工場の製造現場への無線センサの導入要望が拡大している。特に、製造工程の異常発生を予知したり異常をリアルタイムで検知したりする無線システムは中小企業の現場でも強く求められている。本研究では、工場内で発生するスイッチングノイズ等のパルス状ノイズがセンサネットワークの通信に及ぼす影響を明らかにし、その評価方法を提案するとともに対策指針を明らかにすることを目的にして、以下の検討を行った。

はじめに、①実際に稼働中の工場内部のノイズを測定するとともに、これと類似するノイズ波形の発生源となる加工装置を抽出し、ノイズが発生するタイミングや特徴を明らかにする。次に、②加工機のノイズと類似のノイズ波形を発生させて無線センサネットワークの通信に及ぼす影響を確認する¹⁵⁾。③パルス状ノイズの計測評価や無線センサの通信に及ぼす影響を定式化するために、任意波形発生器でノイズ信号を模擬して、その影響や評価方法を探索する。

これら3段階の検討を実施するに当たり、パルス状ノイズを計測し評価するのに適した測定機能を搭載した測定器を導入して、研究に活用した。結果として、工作機械から発生するパルス状スイッチノイズが920MHz帯センサネットワークの通信に影響を及ぼし得ることを明らかにし、このようなパルス状ノイズを測定評価する方法についての知見と経験を構築することができた。以下にその内容を報告する。

4.2 工場のスイッチングノイズ

企業の製造現場における工程管理や装置異常検知などの設備保全に無線通信を用いたセンサネットワークを活用する技術が広く普及してきている。小型無線ユニットとして、様々な機器が市販されはじめており、マイコンプログラミングの技術があれば、自前で無線センサノ

ードを構築して、工場独自で簡単にシステムが構築できる状況になっている。中小企業の製造現場においても、このような市販無線ユニットを活用して工場独自で無線監視システムを活用したいという要望や実際に活用し始める事例が増加している現状であり、これに伴い、工場内の無線通信の健全性についての懸念や、これを評価測定する方法についての質問の声が聞かれる状況にもなりつつある。

縁があり、中小企業である鉄鋼部品製造企業の工場内の電磁ノイズを実測する機会があった。図4-1に工場内での測定風景を示す。測定には、300MHz～2.5GHzの広帯域ログペリオディカルアンテナを使用し、波形観測にはスペクトラムアナライザとオシロスコープの両方の機能を統合したTektronix社のMDO4054Bを用いた。



図 4-1 工場内ノイズの測定風景¹⁵⁾

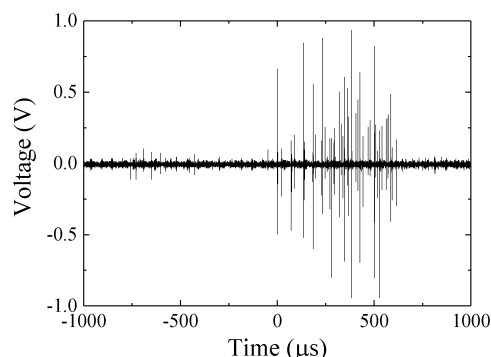


図 4-2 工場内ノイズの一例¹⁵⁾

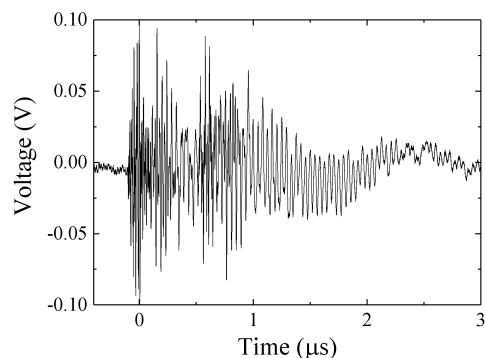


図 4-3 工場内ノイズの波形(1パルス拡大)¹⁵⁾

測定の結果を、図4-2に示す。図は、アンテナからの波形をオシロスコープモードで観測したタイムドメイン波形である。工場の大型装置の動作音の発生に合わせて電圧振幅の大きなパルス状ノイズが連続的に発生することが観測された。これらパルス状ノイズの一つを取り出し時間軸を拡大した結果を図4-3に示す。この図から、1本のパルスに見えていた信号波形は、拡大すると、高周波振動が急激に減衰するような波形になっていることがわかり、パルス波形の内部に何らかの高周波成分が内包されていることが見いだされた。

工場の中で観測された、数百ナノ秒の減衰振動波形を伴うパルス状ノイズの発生源を探るために宮城県産業技術総合センターで保有する機械加工装置について、ノイズ発生の確認を行った。その結果、大型の機械加工機(フライスやシャーリングマシン)では特記すべきノイズの発生は観測されなかった。一方で、ボタン式のスイッチを手動でON/OFFするような工作機械については起動時や停止時にパルス状ノイズが発生することが確認された。このパルス状ノイズはアンテナを使って観測されるような放射電磁界波形であり、その波形は、実際の工場で観測されたような、高周波の減衰波形を伴った持続時間が数百ナノ秒のパルス状波形であった。

このようなパルス状の放射ノイズ波形を発生する加工装置は複数確認されたが、本報告では代表的な2件について実測結果を示しながら掲載する。

一つ目は、ホイストクレーンである。最大荷重500kgのホイストクレーンと放射ノイズの測定風景を図4-4に示す。測定は20MHz～3GHzの放射電磁界を測定できるバイユニカルアンテナ(マイクロニクス社 MAN150)を利用して、減衰パルスに含まれるスペクトル波形の計測には、Tektronix社のMDO4054Bを用い、ノイズの時間波形観測にはKeysight社のオシロスコープDSOS404Aを用いた。これら測定器の代表的なスペックを表4-1に示す。



図 4-4 ホイストクレーンの測定風景

表 4-1 使用したオシロスコープの代表的仕様

	DSOS404A		MDO4054B	
	オシロスコープ	オシロスコープ	スペクトラムアナライザ	
アナログ帯域幅 (-3dB)	50Ω: 4 GHz	500 MHz	スパン	1 kHz ~ 3 GHz
垂直軸分解能	10 bit	8 bit	RBW	10 Hz ~ 200 MHz (typ.)
サンプリングレート	最大20 GS/s	2.5 GS/s	リファレンスレベル	-140 dBm ~ +30 dBm

測定系のブロック図を図4-5と図4-6に示す。パルスノイズのスペクトル測定には、MDO4054Bを用いて、パルス発生タイミングのトリガにピックアップコイルからの信号を増幅して用い、このトリガタイミングを基準に所定の時間間隔内におけるスペクトルを帯域3GHzの内蔵スペクトラムアナライザで観測した。図4-6は、3方向パワースプリッタを用いて、MDO4054Bでパルスノイズのスペクトルを観測すると同時に、同じパルスの時間波形をDSOS404Aで観測するための測定系である。いずれの測定系でもパルスノイズの信号は、ほぼアンテナを測定

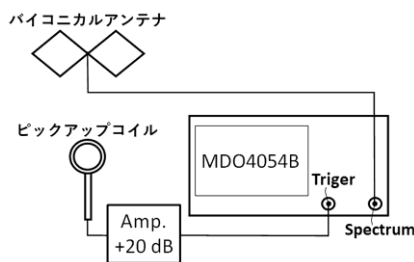


図 4-5 ノイズ測定系のブロック図(その 1)

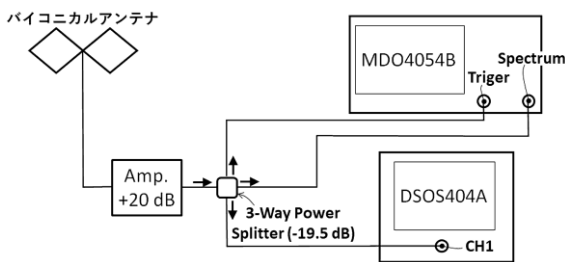


図 4-6 ノイズ測定系のブロック図(その 2)

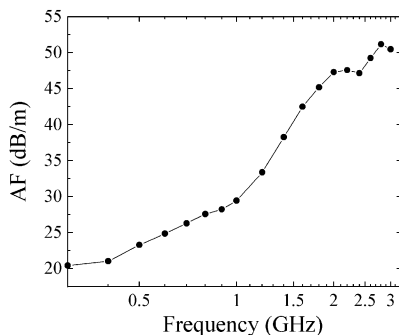


図 4-7 バイコニカルアンテナのアンテナファクタ

器に直結した場合と同等の信号レベルになっている。なお、使用したバイコニカルアンテナのアンテナファクタ(カタログ代表値)を、図4-7に示す。

図4-8は、ホイストクレーンの操作ボタン(昇降)を押したときに現れるノイズ波形の一例である。この例では、連続的に発生した持続時間200ns程のパルス状の減衰波形が300ns程度のインターバルで複数発生している様子が分かる。

ホイストクレーンでは、手動スイッチの押し方によってこのような連続パルスになる場合も、オシロスコープの画面上では単パルスしか確認できないような単発のパルス波形が発生することも、いずれの特性の波形も観測された。ただ、ボタンスイッチの手動操作では、この2種類のパルス波形を制御して発生させることはできなかったため、ここで紹介する波形やスペクトルは場当たりに観測されたものであることをお断わりした上で紹介したい。

図4-8の観測画面は、MDO4054Bの観測波形であり、オシロスコープ波形の任意の時間幅の部分のスペクトル波形を、内蔵のスペクトラムアナライザで観測できる機能を有している。図の中央下部にオレンジ色の太い横棒が表示されているが、この時間領域のスペクトルを抽出して周波数ドメインで表示する機能がある。本研究では、この機能を活用して1パルスに含まれる周波数スペクトルを測定した。



図 4-8 ホイストクレーンの放射スイッチノイズ

図4-9は、高周波オシロスコープで観測した1パルスの時間波形である。パルス発生初期に高い周波数成分が含まれていることがわかる。この波形と同じタイミングで観測したMDO4054Bのスペクトル波形を図4-10に示す。図の青線は、バックグラウンド(B.G.)である。B.G.と比較すると2GHz程度までノイズのスペクトルが伸びていることが分かる。以下の測定との比較のため、ノイズ源とアンテナの距離は、1mに換算してある。図4-10と、図4-13のB.G. レベルの違いは、この距離換算の影響である。

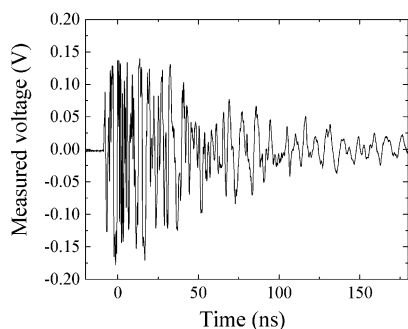


図 4-9 ホイストクレーンの放射ノイズ波形

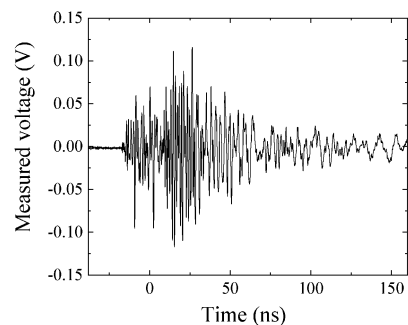


図 4-12 ノコ盤の放射ノイズ波形

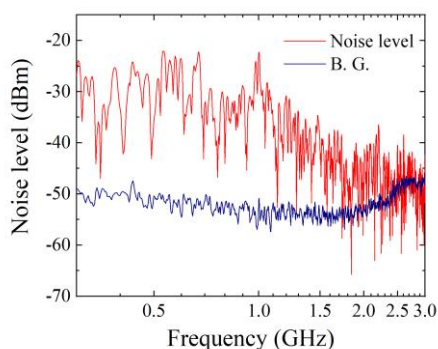


図 4-10 ホイストクレーンの放射ノイズスペクトル

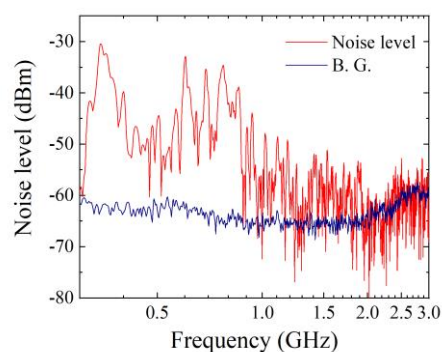


図 4-13 ノコ盤の放射ノイズスペクトル

二つ目は、金属を切断するノコ盤である(図4-11)。このノコ盤の起動ボタンを押した際のノイズ波形を図4-12、図4-13に示す。図4-12はオシロスコープの時間波形で、図4-13はMDO4054Bのスペクトル波形である。ノコ盤の場合は、ホイストクレーンに比べて、ノイズの周波数帯域が低周波に限られている。しかしながら、1GHz付近までノイズ信号のレベルが高くなっていることがわかる。

以上の2つの測定は、スイッチノイズが発生する加工装置の一部である。確認できたところでは、ラクソー、グラインダ、ハンドカッター、加工装置とは異なるものの、電灯スイッチ、磁粉探傷磁化器のスイッチでも同様のパルスノイズが放射されていることが確認できた。このパルスノイズの原因は、スイッチ接点での放電と推測できるが、詳細な確認までは今回の検討では行っていない。



図 4-11 ノコ盤のノイズ測定風景

4.3 放電ノイズの無線センサ通信への影響確認

高調波を内包する間歇的なパルス波形を模擬するために、スパークプラグの放電パルスを利用してこれが無線センサの通信に与える影響を評価する実験測定系を構築した。電波暗室の中にパルスノイズ発生源と920MHz帯GFSK変調のセンサネットワーク用無線装置を設置して、パルスノイズを印加した際の無線装置間の通信の成立状況を測定した。この実験のイメージ図を図4-14に示す。

図4-15にパルスノイズ発生装置の概略図を示す。装置は、イグニッション電圧発生回路に周期的なトリガ信号を入力してパルス電圧を発生させ、このパルス電圧を昇圧して絶縁破壊電圧まで上昇させるためのイグニッションコイルを介してスパークプラグに接続している。

図4-16は、本装置で発生したスパークプラグの放電の様子である。実験では、一定間隔で発生する周期的パルスノイズを発生させて実験を行った。周期的パルスの発生周波数は、100Hzから1,200Hzで任意に設定できる。

図4-17は、ノイズ発生源であるスパークプラグ近傍にピックアップコイルを置いてこの信号をトリガとして、イグニッション電圧と放電時のアノード電圧を測定した結果

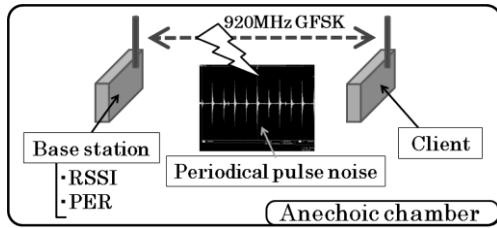


図 4-14 センサネットワーク通信への影響評価のイメージ図¹⁵⁾

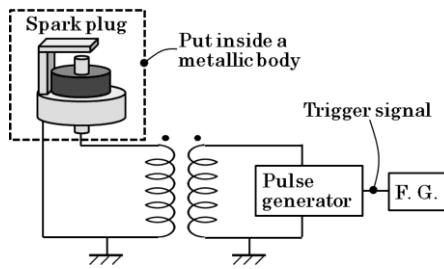


図 4-15 パルスノイズ発生装置の概略図¹⁵⁾

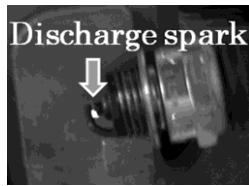


図 4-16 スパークプラグの放電の様子¹⁵⁾

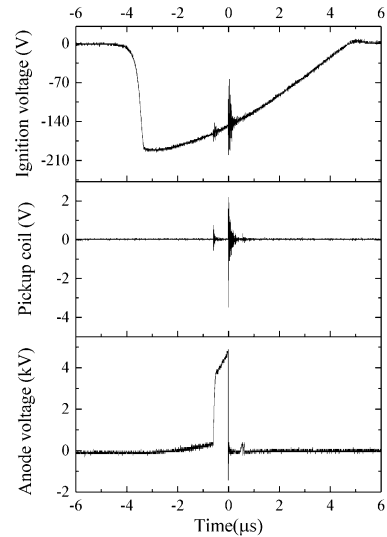


図 4-17 スパークプラグの放電時波形¹⁵⁾

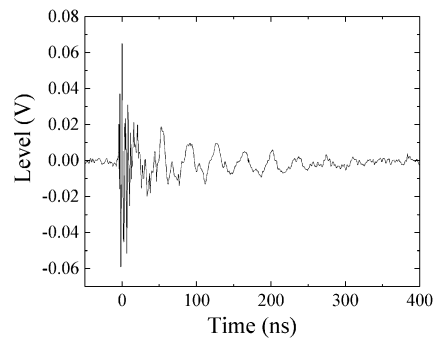


図 4-18 放電消弧時の放射ノイズ波形¹⁵⁾

である。本図から、ピックアップコイルに大きなパルス信号が観測されるのは、アノード電圧がステップダウンするタイミングであり、このノイズ発生源から発生するパルスノイズは、このタイミング、すなわち放電が消弧するタイミングで生じていることがこれから分かる。放電が生じるアノード電圧はおおよそ5kVであり、これはスパークプラグの電極間距離と大気圧における絶縁破壊電圧と一致する。パルスの発生周期を変えた場合の放電ノイズ波形の変化については、参考文献15で報告しており、詳細はそちらを参照して欲しい。この検討結果から、パルスの発生周波数100Hzから1kHzで放電のパルス波形はほぼ同じであることが確認されている。

この放電消弧時の放射ノイズをアンテナで観測した結果を図4-18に示す。本測定結果は、ピックアップコイルの信号をトリガにして3m離れた位置の広帯域ログペリオディカルアンテナに誘起された電圧波形であり、空間に放射されたパルス電磁界ノイズの波形と推測できる。

測定系は、電波暗室内部の測定系を使用した。オシロスコープは、Infinium 54845Aを用いた。測定帯域が

1.5GHzであることから、その測定サンプリング上限に近い周波数帯域での減衰振動が観測されている。

なお、本測定では、アンテナと測定器の間に26dBのアッテネータを挿入しているため、図のピーク電圧の+0.066Vは、アッテネータの減衰を除去した場合、1.32Vとなり、これをアンテナ係数で換算すると、おおよそ10V/mの電界強度となる。すなわち、10ns程度の短時間ではあるが、ノイズ源から3mの距離で、数百MHzの周波数帯域に10V/m程度のノイズ電界が発生していることになる。

このレベルは、同じアンテナを用いてアッテネータ無しで測定した工場内電磁ノイズ(図4-2)の最大パルス振幅(0.9V)と同程度となっていることから、今回の実験系を用いて、実際の工場内部で観測されたパルスノイズ強度と周波数帯域、そしてパルスの持続時間が大差ない条件での実験検討が、本報告の実験系で実施できることがわかった。スパークプラグの放電から放射される電磁界の波形が、工作機械のスイッチノイズの波形と良く似ていることから、工作機械のスイッチノイズが接点ス

パークに起因しているという推測は、大きく外れていないものと思われる。

上記のスパークプラグの放電実験を基にして行った電波暗室の実験系の模式図と実際の実験風景を図4-19と図4-20に示す。実験は宮城県産業技術総合センターの3m法電波暗室で行った。使用したアンテナは広帯域ログペリオディカルアンテナ (SCHWARZBECK VUSLP9111B) で、放射された放電ノイズはMDO4054Bでパルスの持続時間にウィンドウをかけて含まれる周波数スペクトルを観測した。無線センサネットワークへの通信影響の評価には、市販の920MHz帯GFSK通信機を用いた。

本実験の詳細についても、参考文献15で報告しているため、ここでは得られた結果のポイントだけを示す。図4-21は、本報告のパルス電磁界の1パルスにウィンドウをかけてスペクトル測定をした際の測定画面である。画面の上半分がタイムドメインの波形表示で、1パルスの波形を表示している。この波形の下部に太い横バーが表示されているが、これが周波数スペクトルを測定する時間ウィンドウである。本測定では、パルスを中心にして時間スパン450nsのウィンドウを設定した。

図4-21の下半分の波形は、周波数ドメインのスペクトル波形である。ここでは、100MHzから1,200MHzまでの帯域のスペクトル波形(縦軸dB[V])を表示している。スペクトルの表示は複数の線が見えるが、これはMax hold,

Average, Normalの3本の線である。本測定では、パルス電圧にトリガを設定して10秒間の測定を行った。なお、測定のRBWは時間ウィンドウと連動して自動設定され、この測定では5MHzであった。

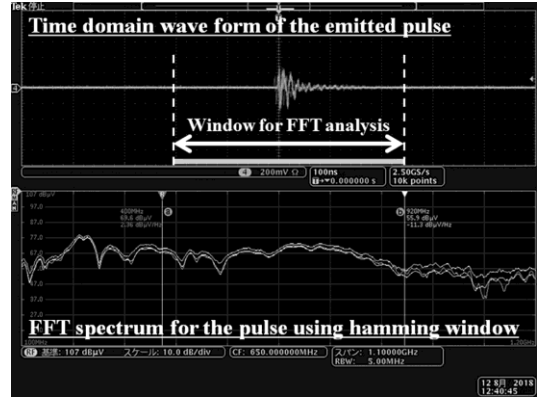


図 4-21 パルス電磁界の MDO による測定例¹⁵⁾

図 4-22 に測定したスペクトル波形を示す。図には、バックグラウンド (BG), 及びパルス周波数 100Hz, 500Hz, 1,000Hz の3条件における周波数スペクトル波形を示している。図の波形は、Max hold の値である。バックグラウンドの測定時に、920MHz 帯の無線機を動作させていたため、ここにピークが観測されている。本測定から、パルスノイズが有するスペクトル波形とレベルは、パルス周波数による変化がほとんど無いことが分かった。この測定から、通信周波数である 923MHz におけるノイズレベルは、バックグラウンドレベルから約 27dB 上であることが分かる。なお、本測定においては、縦軸の値は設定された RBW の値で変わるため、信号レベルの絶対値ではなく信号間の相対値として使用することにする。

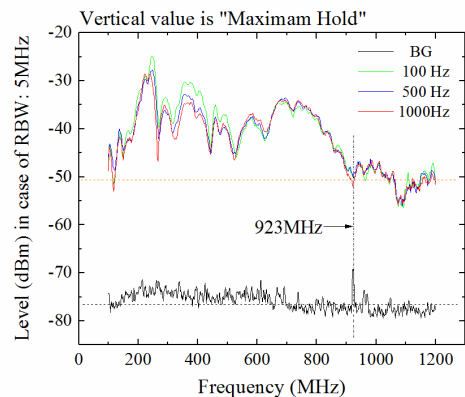


図 4-22 パルス電磁界のスペクトル測定例¹⁵⁾

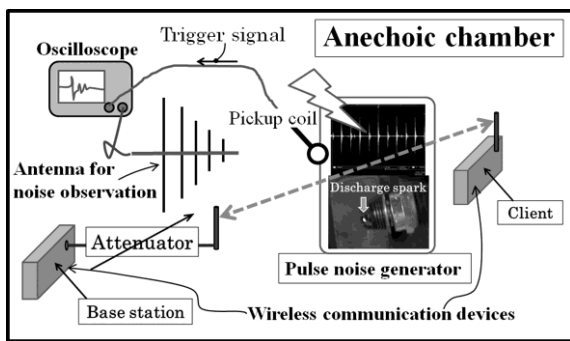


図 4-19 電波暗室の実験系の模式図¹⁵⁾

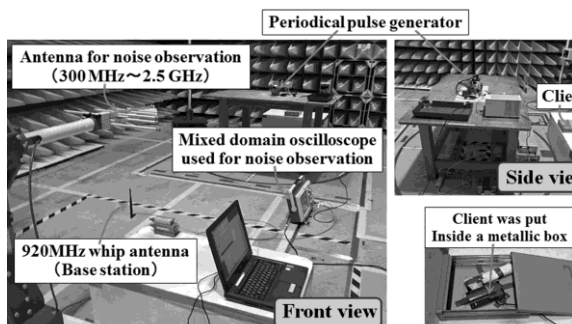


図 4-20 電波暗室の実験系の写真¹⁵⁾

表4-2は、920MHz帯GFSK通信機の設定パラメータである。ここで、送信出力は設定可能な最小の値とした。

センサネットワークの無線通信に対するパルスノイズの影響は、通信機に付属する制御・計測機能を使い、通信の受信信号強度 (Received Signal Strength Intensity: RSSI), パケットエラー率 (Packet Error Ratio: PER) で読み取った。

表 4-2 920MHz 帯 GFSK 通信機の設定¹⁵⁾

	親機	子機
送信出力	0.16mW	0.16mW
ビットレート	19,200 bps	19,200 bps
ビット長	8 bit	8 bit
パリティ	odd	odd
プロトコル種別	ASCII	
パケットフィルタリング	有り	有り
タイムアウト時間	4 s	1 s

図4-23(a)は、パルス周波数900Hzの場合の通信の受信信号強度RSSIとパケットエラー率PERの値を、無線親機のアンテナに付けた可変アッテネータによる減衰率を横軸として表示した図である。受信信号強度RSSIとパケットエラー率PERは通信機から付属のソフトウェアを使った読み出すものであり、測定原理や単位が明示されていないため、あくまで指標値として利用することとする。本測定より、可変アッテネータの減衰率を増加させることで受信信号強度RSSI(図4-23の破線)が単調に減少しており、アンテナと受信機の上に設置した可変アッテネータで通信機間のRSSIを調整可能であることが分かった。図の実線は、通信のパケットエラー率PERである。この値も装置に付属のソフトウェアを使って読み出す値である。本測定結果から、パルス周波数900Hzにおいて、アッテネータの減衰率17dB以下では、PERがほぼ零である。減衰率47dB以上では、PERが100%となり通信が成立しない。減衰率17dBから45dBの間では、減衰率の増加に伴い、PERは直線的に単調増加する結果が得られた。

図4-23(b)は、パルス周波数100Hzの場合の測定結果である。この場合、パケットエラー率は、減衰率42dBから47dBの範囲で急激に増加しており、図4-23(a)と異なり、受信限界でPERが急増するノイズ印加が無い状態とほとんど変わらない傾向になることがわかった。

図4-24は、図4-22に示した放電パルスの放射ノイズを測定する際のトリガレベルを変えて、観測されるノイズスペクトルのMAX holdとAverageの測定レベルを取得したものである。ノイズスペクトルは広い周波数範囲で発生しているが、本図は周波数923MHzの周波数における値を表示している。ここで、測定トリガレベルとは、MDO4054Bの機能である任意時間幅におけるスペクト

ルを測定する際の時間基準点を定めるためのトリガである。

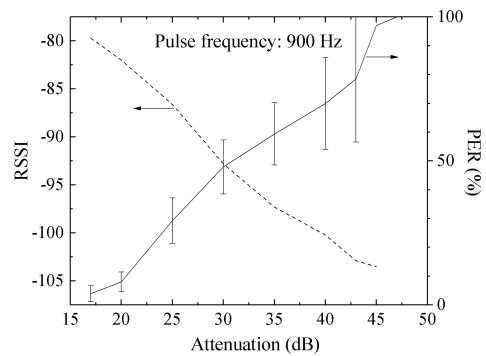


図 4-23(a) パルス電磁界の 920MHz 通信への影響(パルス周波数 900Hz)¹⁵⁾

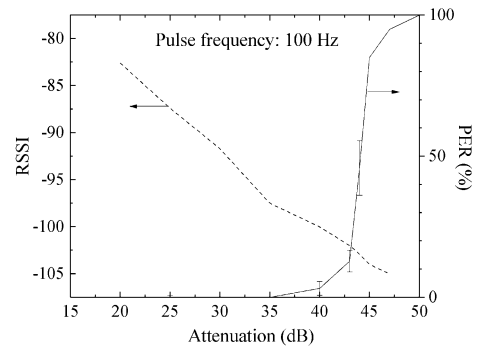


図 4-23(b) パルス電磁界の 920MHz 通信への影響(パルス周波数 100Hz)¹⁵⁾

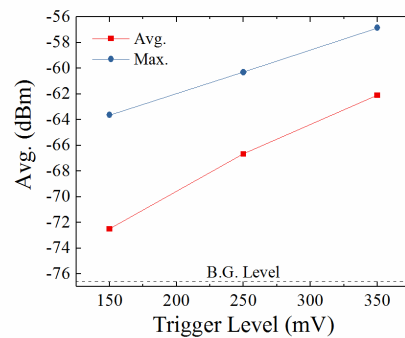


図 4-24 トリガレベルとノイズスペクトルの MAX hold と Average の測定レベルの関係

本研究の測定では、パルスノイズの時間波形の電圧レベルをトリガレベルとして利用しており、この電圧トリガのレベルを超えたパルス信号のみを選択して、その周波数スペクトルを測定していることになる。図4-24ではその際に得られたノイズスペクトルのMAX holdとAverageのレベルを示している。この図のMAX holdとAverageの

差は、所定のアベレーシング時間内にトリガされたパルスノイズの強度バラツキを示すものと解釈できる。最大の信号レベルを持ったパルス波形はMAX holdの値として捉えられているが、それ以下の低いレベルのパルス波形も多数含まれていることが、MAX holdとAverageの差として現れている。このことは、放電スパークで発生するパルスノイズの波形が発生の都度変わることを意味しており、図4-23 (b)のPER値の傾斜波形はこのパルスノイズのレベルばらつきの影響と考察できる。

次節では、この確認も含めて、高周波任意波形ジェネレータを使って単一周波数の減衰波パルスが発生させて検討を行った。

4.4 模擬ノイズを用いた影響評価とリアルタイムスペクトラムアナライザの活用

ここまでの報告をまとめると、はじめに、製造工場内部にアンテナを設置して放射電磁界を測定すると、パルス状ノイズが多数発生している事例が確認された。次に、このパルス状ノイズと類似したノイズを発生させる機器を探索したところ、手動ボタンでスイッチをON/OFFする小型装置や加工機、例えば、ホイストクレーン、ノコ盤、ラクトソー、ハンディカッターなどでこれが発生していることを確認した。そして、このパルス状ノイズを無線センサネットワークの通信信号に重畳させたところ、パルスノイズの発生頻度に応じて通信の packets エラーが増加することを確認できて、持続時間が短いパルス状の放射ノイズであっても通信に影響を及ぼすことを明らかにした。

以上の結果に基づき、本節では、工場内の放射パルスノイズの評価方法について検討した。

最初は、パルス状ノイズを評価する計測方法について検討した。この検討ではパルスノイズ源としてノイズ強度や周波数スペクトルが安定しない放電スパークを使わずに、高周波任意波形発生装置を用いて素性のわかったノイズ波形を発生させてこれを評価に用いた。

図4-25は、高周波任意波形発生装置 (Keysight M8190A) の写真である。オシロスコープDSOS404Sの下部にある黒色の装置がそれである。この装置は、12GS/sのサンプリングレート、12bitの精度で任意波形を発生させることができ、おおよそ2.4GHzの波形であれば生成可能な性能を有する。

これを用いて加工機から発生するパルス状ノイズを模擬した波形を発生させた例を図4-26に示す。この信号波形は、周波数920MHzの減衰波形が約150nsで収束する信号波形になっており、放電スパークで観測された

ノイズ波形を模擬したものである。この波形は、単一周波数の減衰波形であるため、実際の広帯域な放電信号よりシンプルで扱いやすい。周期的に発生させた場合でも、各周期のノイズ強度が安定したものが得られる(図4-27)。図のパルス間隔は発生周期に対応する。



図 4-25 高周波任意波形発生装置
(Keysight M8190A)

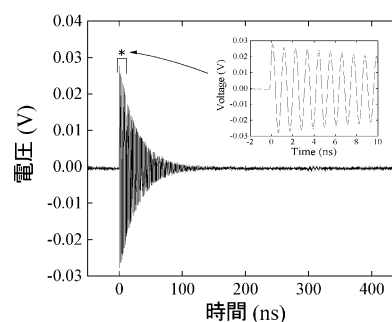


図 4-26 減衰パルスノイズの模擬波形

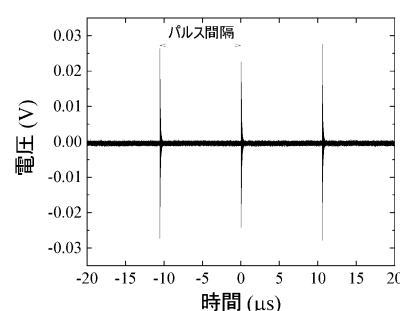


図 4-27 周期的パルスノイズの模擬波形

このパルス状ノイズ信号を、EMIレシーバをはじめとした各種放射ノイズ測定器で測定した結果を、図4-28に示す。測定は図4-27の周期ノイズをSMAケーブルで測定装置に入力して、表示された値をプロットした。図の横軸は、パルス間隔である。リアルタイムスペクトラムアナライザ (RSA) とMDO4054Bはパルス状ノイズを観測するのに適した装置であるため、パルス間隔に影響されず

に一定のレベルで計測できている。RSAとMDOのレベルの違いは、MDOのウィンドウ時間幅(RBW)の設定に起因するエネルギーの取扱いの差に原因がある。EMC測定で使われるEMIレシーバと掃引型のスペクトラムアナライザでは、パルス間隔が長くなると信号レベルを過小評価する傾向があることがわかった。本測定のEMIレシーバの測定では、EMC測定で推奨される条件、すなわち、RBW120kHzでQP検波を使って測定してある。今回、実験評価して通信影響が確認された1kHz以下のパルス周期では、EMIレシーバでは約30dBの過小評価になる可能性があることがわかった。

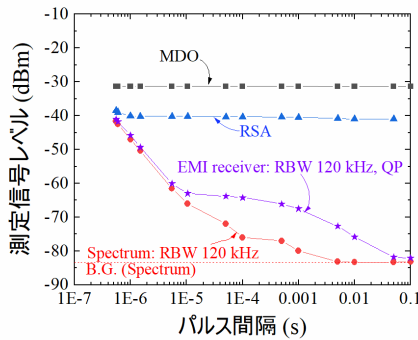


図 4-28 パルス状ノイズを各種放射ノイズ測定器で比較した実験結果

次に、リアルタイムスペクトラムアナライザ(RSA)を用いて通信信号とパルスノイズの観測を行った結果を示す。

図4-29は、測定で使ったリアルタイムスペクトラムアナライザ(Tektronix RSA5126B)である。図4-30は電波暗室内の実験風景である。高周波任意波形発生装置でパルスノイズを発生させて、これをアンテナで放射させ、この環境にある920MHz通信機の通信信号を観測しながらパケットエラーを測定した。

図4-31にRSAで920MHz帯GFSK変調のセンサネットワーク用無線装置の信号を観測した波形を示す。中心周波数922.5MHzで約±50kHzスパンで周波数シフトした信号が送信されているのがわかる。画面全体に水平に広がっている信号は、パルスノイズの信号である。この図4-31は横軸が周波数の波形であるが、同じ無線機の信号を時間軸で観測したものを図4-32に示す。この図で見られる矩形状のステップ波が通信信号であり、通信の持続時間は5.2ms、これが198.8msの時間毎に発生していることが観測できて、この無線装置の通信信号が一目でわかる。

ここに、パルスノイズとして図4-33のような、400nsの持続時間で周波数922.5MHzの矩形波が、所定のパルス



図 4-29 リアルタイムスペクトラムアナライザ (Tektronix RSA5126B)



図 4-30 電波暗室内の実験風景

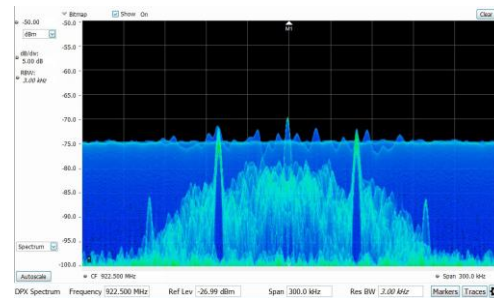


図 4-31 RSAで観測した920MHz帯GFSK変調の通信波形(スペクトル)

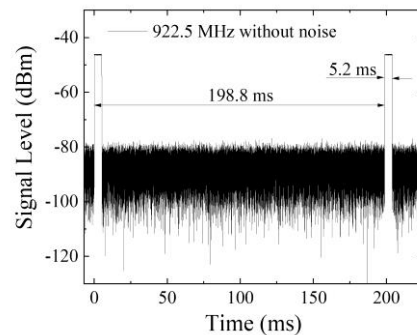


図 4-32 RSAで観測した920MHz帯GFSK変調の通信波形(時間軸)

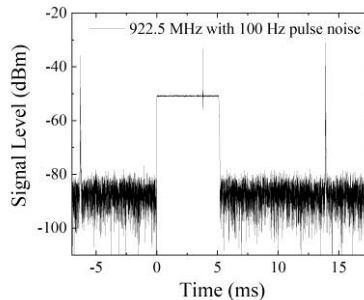
間隔で入射した場合の通信状態を観測した。

図4-34(a)から図4-34(b)がそれである。これらは横軸が時間軸の波形であり、図4-32を拡大したものである。図の中央部に見える矩形状波形が無線機の通信信号

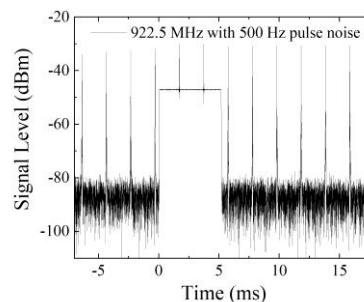
(持続時間5.2ms)である。これらの図にある針状の信号がパルスノイズ波形である。図4-34(a)では、パルス周波数が100Hzで図中に3本のパルスノイズが見られ、このうち1本が通信と重なっている。図4-34(b)では、パルス周波数が500Hzで図中にある2本のパルスノイズが通信と重なっている。図4-34(c)では、パルス周波数が1kHzで図中にある6本のパルスノイズが通信と重なっている。このようにRSAで観測することで、無線機のデジタル通信とパルスノイズの干渉状態が目で見えるようになる。

高周波任意波形発生器で図4-33のノイズを発生させて、無線機の通信エラーを確認した結果を図4-35に示す。本図では、縦軸にパケット生存率を用いているが、これは、パケットエラー率(PER)を1から引いた値に対応しており、1であればパケットエラー無しで全て生存、ゼロであればパケットは一つも通らない状況を示す。本実験のセンサネットワーク通信機間の通信信号のレベルは、-70dBmに設定した。図4-35の測定結果から、通信信号よりノイズレベルが小さい時は、パケット生存率は、ほぼ1になっていることがわかる。

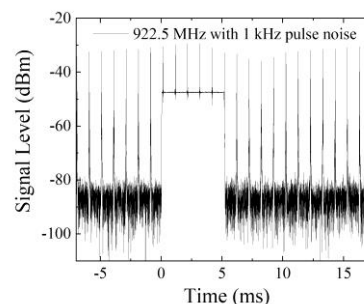
一方、通信信号よりもパルスノイズのレベルが高くなるとパケット生存率に影響が出はじめる。パケット生存率のパルス周波数依存性としては、周波数を高くするとパケット生存率が下がる。この傾向は、ノイズレベルに関係なくほぼ重なる曲線になる。この理由を考察すると、図4-34に示されるように、パルス周波数が上がると通信信号と交差するパルスが増え、これに応じてパケットが破壊され生存率が下がるというメカニズムになるのだと考察される。この実験結果は、スパークプラグの放電を用いた実験に比べて妥当性があり、スパークプラグの場合にみられた発生パルスのレベルとスペクトルがバラつく影響が本実験では無くなっているものと思われる。



(a) パルス周波数 100Hz



(b) パルス周波数 500Hz



(c) パルス周波数 1000Hz

図 4-34 パルスノイズが入射した場合の通信波形 (時間軸表示)

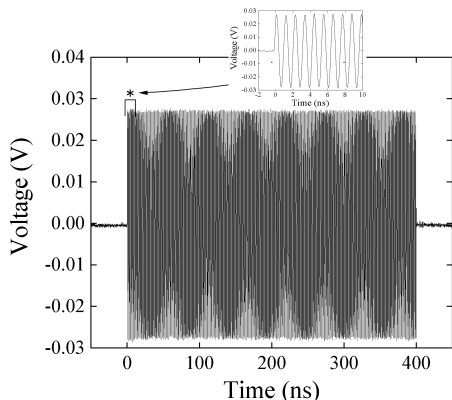


図 4-33 実験に使用したパルスノイズ波形

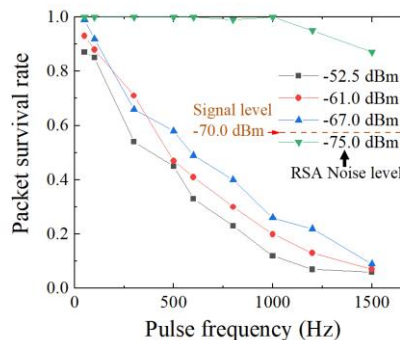


図 4-35 矩形パルスノイズの頻度とレベルに対するパケット生存率

本節の報告の最後に、RSAによる数百ナノ秒レベルの減衰波形の減衰率観測の可能性について示す。

図4-36はRSAの時間軸を拡大して観測した結果である。図の右上部にある図は、500ns程度で減衰する単一周波数の減衰ノイズの観測波形である。この程度の時間分解能になると、装置のトリガタイミングの揺らぎで、波形が画面に入らないことが時々発生したが、うまく画面に収まった場合には、この例のように数百ナノ秒の減衰パルスの減衰時間を推定出来る可能性が示された。

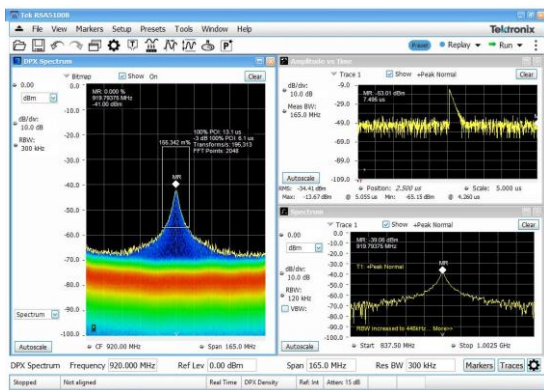


図 4-36 RSA による減衰波形の観測の可能性

(本節の文責 中居 倫夫)

5 結言

地域企業の IoT 化を推進する際に有効な、モノづくり企業の製造工程に適用する IoT 技術の要素技術として、以下の 3 課題に取り組んだ。

- [1] 工程における加工直後の仕掛品の全数検査を可能にするセンシング技術(「モノづくり工程の見える化」)
- [2] 工場内で可動しているモータ等動力装置の設備保全の無線センサ化(「設備保全の無線センサ化」)
- [3] IoT無線システムを正常に動作させるための工場内の電磁ノイズ(EMC)対策(「工場内電磁ノイズ(EMC)対策」)

結果として、関連する研究開発では、従来は困難であった技術の研究開発を行い、これと同時に、無線センサネットワークを中心としたIoT技術の地域企業への普及、そして新規導入した設備を用いた技術支援を可能にすることができた。

謝辞

「AI併用型ハイパースペクトルカメラ」は、平成30年度

地域新成長産業創出促進事業費補助金(地域未来オープンイノベーション・プラットフォーム構築事業)にて導入したものであり、ここに謝意を表します。

参考文献

- 1) T. Nakai, “Sensitivity of Thin Film Magnetoimpedance Sensor in 0.3 T Surface Normal Magnetic Field”, IEEJ Trans. ELEC-TRICAL AND ELECTRONIC ENGINEERING, 15, 1230-1235 (2020).
- 2) T. Nakai, “Magneto-Impedance Sensor Driven by 400 MHz Logarithmic Amplifier”, Micromachines, 10, 355 (2019).
- 3) 特許第6842164号(宮城県)
- 4) 中居倫夫, “薄膜磁気センサと強磁場を用いたインライン製品検査に関する研究”, 日本機械学会第9回マイクロ・ナノ工学シンポジウム講演論文集, 01pm1-PN-155 (2018).
- 5) 中居倫夫, “薄膜磁気センサと強磁場を用いたインライン製品検査の多チャンネル化”, センサ・マイクロマシンと応用システムシンポジウム講演論文集, 27P3-SSP-14 (2020).
- 6) 特開2020-165868(宮城県, 引地精工(株))
- 7) 中居倫夫, “薄膜磁気センサと強磁場を用いたインライン製品検査の磁性破片検出特性”, 令和3年電気学会全国大会講演論文集, 2-105 (2021).
- 8) 小野仁 他: 県内シーズを活用したエネルギーハーベスティングおよびセンシングシステムの研究開発, 宮城県産業技術総合センター研究報告, 15, 2017, p.17-22
- 9) 中居倫夫 他: IoTを用いたモノづくり工程管理高度化のための要素技術開発【短報】, 宮城県産業技術総合センター研究報告, 17, 2019, p.55-p.56
- 10) 中居倫夫 他: IoTを用いたモノづくり工程管理高度化のための要素技術開発【短報】, 宮城県産業技術総合センター研究報告, 16, 2018, p.57
- 11) 林正博 他: 無線温度測定システムを用いた恒温恒湿槽の温度性能の評価【ノート】, 宮城県産業技術総合センター研究報告, 18, 2021, p.91-p.96
- 12) 渡邊洋一 他: 耐熱合金の精密加工技術開発【短報】, 宮城県産業技術総合センター研究報告, No.17, 2020, p.59-63
- 13) 特開2019-110629 「蓄電回路」
- 14) T. Nakai, “Proposal of electrical energy harvester

using ring-shape magnets and FeCo magnetic core”,
Proceedings of The 15th International Conference
on Motion and Vibration (MOVIC), (2020).

- 15) 中居 倫夫, “周期的パルスノイズの920MHz帯
GFSKセンサネットワーク通信への影響”, 電気学
会電磁環境研究会資料, EMC-18-089, (2018).

【研究論文】

【令和2年度 県単研究】

マルチマテリアルを支える異種接合界面の評価技術に関する検討

佐藤 勲征, 四戸 大希
材料開発・分析技術部

近年、自動車、航空機等の輸送機器の燃費向上や、スマートフォンをはじめとする電子機器類の携帯性向上のため、部品の小型軽量化が求められている。その手段として、部材の樹脂-金属複合化が検討されている。特に接着剤や締結部材を用いない直接接合は、さらなる部品の軽量化、低コスト化、信頼性向上の有力な手段として開発が進められている。

本研究は、地域企業が開発した接合技術「レザリッジ」において、接合強度、耐久性及び気密性に影響すると考えられる熔融樹脂と金属の濡れ性評価を目的としたものであり、金属表面での熔融樹脂の接触角測定装置の作製と評価について報告する。

キーワード: 直接接合, 熔融樹脂, 接触角

1 緒言

近年、自動車、航空機等の輸送機器の燃費向上や、スマートフォンをはじめとする電子機器類の携帯性向上のため、金属部材の樹脂置き換えによる軽量化が進められてきた。しかし、さらなる小型軽量化の求めに応じ、強度が必要とされる部品においても樹脂と金属の複合化が検討されている。

これに対し、接着や締結等の従来の接合技術には重量・コスト・信頼性等の課題があり、これらを用いない直接接合技術の開発が進められている。例えば、薬品や高エネルギー放射によって被接合物表面に官能基を形成する化学的処理、微細な凹凸を形成する物理的処理及びこれらの組み合わせによる方法などが検討されている。

これらの中でも、レーザーで金属表面に形成した凹部に熔融樹脂を流し込んで接合する技術「レザリッジ」は、薬品処理等の表面処理に比べて接合力が高く¹⁾、加工プロセスの非環境汚染性・リサイクル性を満足する技術として注目されており、弊所でも開発元である県内企業とともに、接合力及び信頼性向上に取り組んできた。

この取り組みにおいて、凹部の樹脂充填率と接合強度や気密性に相関があることが分かっている。

充填率に大きく影響する要因として、熔融樹脂の金属表面への濡れ性が挙げられる。すなわち、濡れ性が良ければ樹脂が凹部に入りやすく、充填率が高くなる。一方、濡れ性が悪ければ充填率には不利に働くが、リサイクル時には樹脂が剥離しやすく有利となる。

このように熔融樹脂の濡れ性は、直接接合において重要な要素であり、これを評価するため、樹脂の接触角測定の試みが為されている。しかし、そのほとんどは一旦熔融した樹脂を冷却して凝固したものの評価であり²⁾、熔融した状態で評価した例は見られない。

また、接触角測定においては液滴形成後、接触角が経時的に変化する場合がある上、熔融樹脂は温度によって流動性が大きく変化するため、接触角の比較はそれぞれの測定条件のばらつきを少なくする必要がある。以上より、熔融樹脂の接触角は多点同時測定が理想的であるが、これが可能な評価装置は見当たらない。

そこで本研究では、金属と熔融状態樹脂の濡れ性評価を目的とし、まずは、金属板上における熔融樹脂接触角の同時多点測定が可能な装置の構築及び評価方法確立、次に異なる樹脂を用いた濡れ性評価を行った。

2 実験方法

(1) 評価装置構築

装置の機能構成を下記に示す。

- ① 加熱ステージ: 基板を樹脂熔融温度に保持するステージ
- ② 雰囲気温度調節器: 樹脂周辺雰囲気を熔融温度に保つヒーター
- ③ カメラ: 多点の熔融樹脂を接触角測定が可能な解像度で任意のタイミングで撮影するカメラ
- ④ 測定室: 測定環境を維持しつつ、外部からのカメラ撮影を可能とする容器

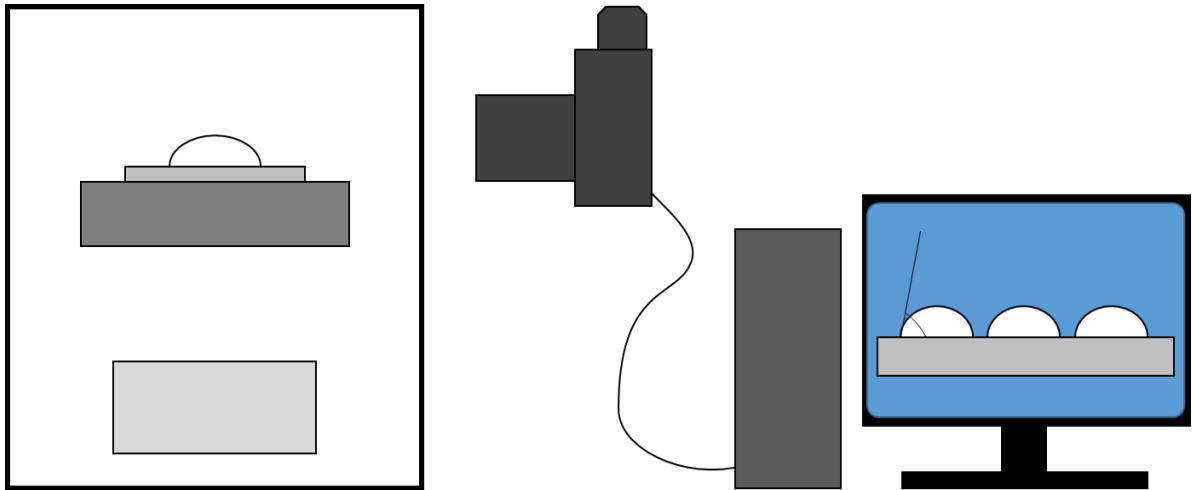


図1 測定システム模式図

⑤ 画像処理装置:撮影した画像を元に、接触角を定量評価する装置

図1に、上記構成を元に構築した評価装置の模式図を示す。

装置作製にあたっては、①、②、④については市販のヒーター、熱電対、温度制御器、耐熱ガラス等を組み合わせて自作し、④はマクロレンズを装着したデジタル一眼レフカメラを用いた。また、画像処理装置として汎用のパーソナルコンピュータと画像処理ソフトImageJ(オープンソースのパブリックドメインの画像処理ソフトウェア)を利用した。

(2) 評価方法

評価に用いたアルミニウム合金板の寸法及び形状を図2に示す。面上には10mm角の区画を三つ設け、それぞれ無処理、表面形状が変化しない程度のレーザー照射(0 μ m)、約100 μ m深さのレーザー溝形成とした。

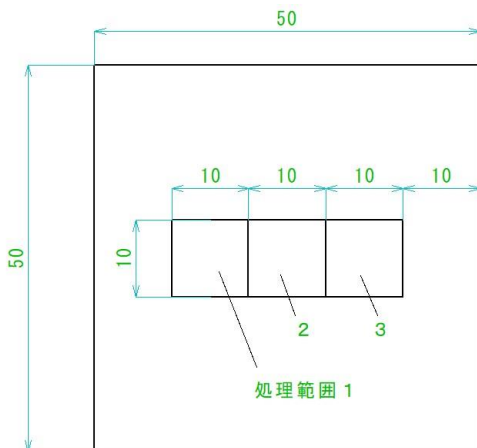


図2 試験基板

それぞれの区画に樹脂ペレットを載せた板を加熱した測定室内のステージに設置し、ペレットが完全に溶融した後、樹脂の写真を3区画同一視野にて一定時間毎に撮影。それぞれの処理区の液滴を拡大し、画像処理ソフトImageJの角度計測機能を用い接触角を手動で測定・記録した。撮影画像と測定の一例をそれぞれ図3、4に示す。

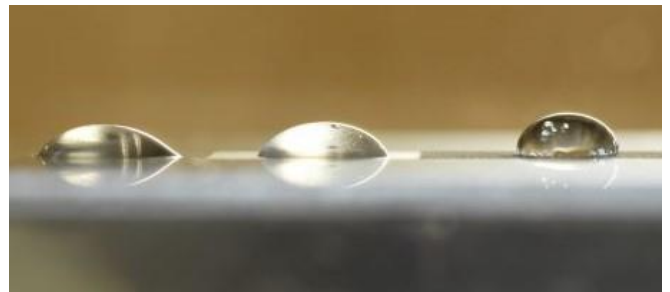


図3 溶融樹脂液滴の多点観察画像

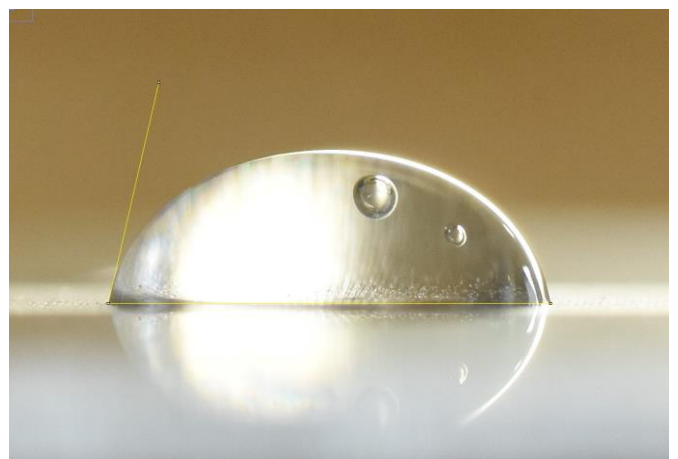


図4 溶融樹脂液滴の接触角測定例

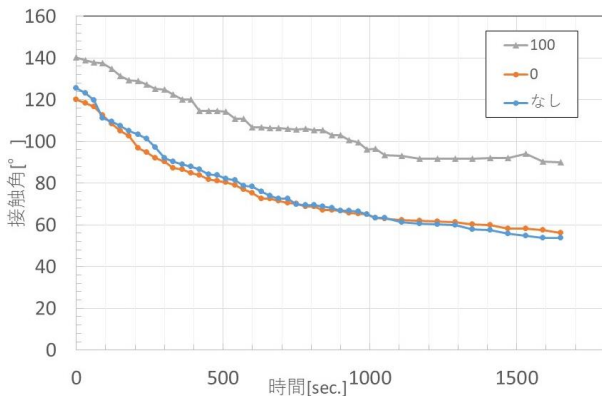


図5 測定結果 PP

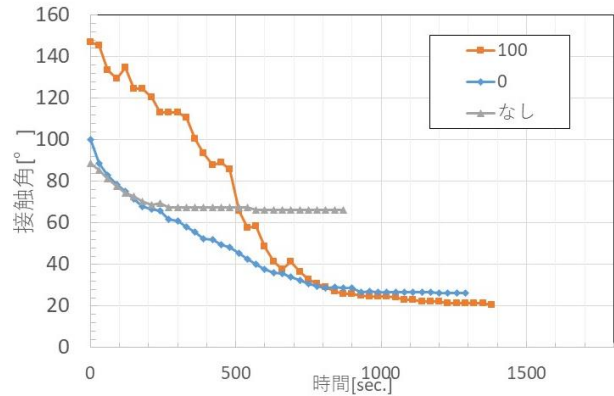


図6 測定結果 PA6

(3) 樹脂種による比較

樹脂の極性による濡れ性の傾向を把握するため、無極性樹脂としてポリプロピレン(PP:市販品)、極性樹脂としてポリアミド(PA6:市販品)を用いた。試験温度はそれぞれ融点よりわずかに高い180℃、260℃とした。

3 実験結果及び考察

図5にPPの接触角測定結果を示す。

接触角は時間経過に伴い低下を続け、変化率は小さくなるものの、完全な安定には達しないことが分かった。ここで、観察開始から1,600秒経過時点で樹脂液滴に褐変が見られた。これは樹脂の変質によるものと考えられる。変質した樹脂は流動性をはじめとして機械的、化学的特性が変化することから、接触角は変質前の数値を採用すべきと考えられる。

各水準の接触角は、処理なしと0 μmがほぼ同じで、100 μmよりも大幅に小さかった。

粗さと接触角の間には、下に示すWenzelの式が知られている。

$$\cos \theta_r = \gamma \cos \theta$$

ここで θ は基準面の接触角、 θ_r は粗面の接触角、 γ は粗面表面積/基準面表面積で表される表面積増因子を示す。

この式によれば、接触角が小さい(90°未満)面の粗さを増せば、接触角はより小さくなる。しかし、今回の試験では粗さを増した結果、接触角は逆に約60°から90°と大きくなった。これは、レーザー処理によって溝を形成した場合、単に粗さが増す物理的变化だけではなく、濡れ性に影響する何らかの状態変化がアルミニウム表面起きていることを示唆するものだと考えられる。

次に、図6にPA6の接触角測定結果を示す。

接触角が時間とともに低下する傾向はPPと同様だったが、処理なしに比べて0 μmの接触角が顕著に小さな値となった。両処理区の表面粗さはほぼ同じであることから、レーザー照射でアルミニウム基板の表面状態が変化したことが考えられる。これは、表面の有機物除去(クリーニング効果)や官能基与奪が考えられる。

また、Wenzelの式によれば、100 μmの接触角は0 μmよりも小さくなるはずであるが、接触角測定値は両者でほぼ同等だった。

この結果も、レーザー溝形成加工によりアルミニウム表面が何らかの状態変化を起こしていると示唆するものと考えられる。

また、PPとの変化の違いも、この状態変化が影響している可能性がある。

これらの検証にはアルミニウムの表面状態の分析が必要であり、今後の課題である。

4 結言

金属と熔融樹脂の濡れ性評価を目的とし、アルミニウム板上における熔融樹脂接触角の同時多点測定が可能な装置を構築し、評価方法を確立した。

アルミニウム基板に対する熔融樹脂の濡れ性評価のため、レーザー処理なし、照射のみ、100 μm深さの溝加工処理区についてPP、PA6の接触角を測定したところ、一般的な粗さと接触角の関係式と合致しない結果が得られた。また、樹脂の種類によって変化の傾向には違いが見られた。

これはレーザー処理による金属表面の何らかの状態変化が影響している可能性が考えられる。アルミニウム基板の表面にどのような状態変化が発生しているかの

検証は今後の課題である。

参考文献

- 1) 安岡 哲夫, 竹田 智, 星光, 杉本 直, 岩堀 豊,
チタン合金及びCFRPに種々の表面処理を施した
場合の濡れ性と表面形状評価及び接着接合継手
強度 宇宙航空研究開発機構研究開発報告
JAXA-RR-16-014
- 2) van der Straeten, K., Sparla, J., Olowinsky, A. et
al. Influence of self-organizing microstructures on
the wettability of molten plastic on steel for hybrid
plastic-metal joints. Weld World 63, 1431-1441
(2019).

【短報】

【短報】

【令和2年度～令和3年度 県単研究】

プリントデバイス作製技術研究

小松 迅人, 高田 健一
機械電子情報技術部

プリントエレクトロニクスは、印刷技術を応用し様々なフィルムなどの基材に機能性インクを用いて回路、デバイス、電子構造等を形成する技術である。この技術は、従来の手法と比較すると工程を集約できることや回路部分等の直接描画になるので材料の低減が見込まれること、近年の機能性インクの開発やプリントエレクトロニクスに適した印刷装置の開発、薄型でフレキシブルな電子機器の需要、世界的な環境負荷低減の高まりで益々注目されている。一方、プリントエレクトロニクスを検討している企業は、この技術にはノウハウが多いため試す事ができず全体像が見え難いため、踏み出せずにいる現状がある。

そこで、本研究では、版の作製から印刷までの一貫した流れを構築し、プリントデバイスを作製しながら、地域企業がプリントエレクトロニクス分野の検討及び展開できる情報を提供できる素地を作ることを目的とする。

今年度は、東北大学マイクロシステム融合研究開発センターのマスクレスアライナー、Deep-RIE、山形大学有機エレクトロニクス研究センターの反転オフセット印刷機及びAgナノインク((株)フューチャーインク社製)を使用し、印刷状態の傾向について実験を行ったので報告する。

キーワード: マスクレスアライナー, Deep-RIE, 反転オフセット印刷機, Agナノインク

1 緒言

近年、プリントエレクトロニクスは、機能性インクやプリントエレクトロニクスに適した印刷装置の開発、薄型でフレキシブルな電子機器の需要、世界的な環境負荷低減の高まりで注目されている。

プリントエレクトロニクスは、印刷技術を応用して電子回路を形成する手法で、機材と機能性インクを選択が可能であるため、アイデア次第で様々な分野への展開が期待されている。

また、この手法は、回路やデバイスを描画したい場所に直接印刷するので、除去加工で行う従来手法に比べ工程の集約ができることや材料低減が見込まれる。

現在、メンブレンスイッチ等の一部や太陽光パネルなどの回路形成に印刷プロセスが用いられているが、IoTセンサや各デバイスへの作製応用には全体の流れが見え難いため、地域中小企業での検討が消極的になっていると考えられる。

本研究では、企業等から提供いただいたモチーフのデバイスを作製しながら地域中小企業が活用する上で課題等を抽出しつつ、試作時等の版作製から印刷までの一連の流れを構築し、プリントエレクトロニクス分野の検討及び展開できる情報を提供できる素地を作

ることを目的とする。

2 実験方法

2.1 簡易印刷版の作製について

印刷版の基材は、感光性樹脂やガラスを用いるモノが多い。一般的には、版の作製にはマスクパターンが必要になることや、これらの基材を用いて版を作製するには高価で時間がかかるため、印刷手法を用いて試作するメリットが出せない課題のひとつと考える。

そこで、シリコンウエハを用いた簡易版の作製手法を検討することにより、デバイス試作として印刷手法を用いる利便性の向上の検証を、下記の手順で行った。

- ① 回路設計パターン作製: LayoutEditorを用いて作図・編集, ポリゴン化を行いGDS II データへ変換
- ② シリコンウエハにフォトレジスト塗布しプリベーク
- ③ マスクレス転写: マスクレスアライナーを用いたシリコンウエハへの直接描画
- ④ 現像及びポストベーク
- ⑤ エッチング: Deep-RIEによる深掘りエッチング
- ⑥ 残膜処理: 酸素プラズマ

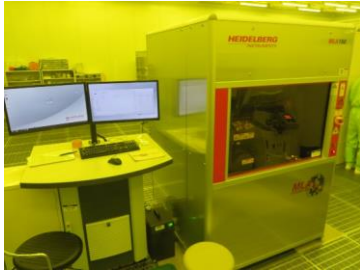
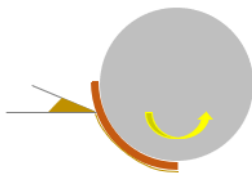


図1 マスクレスアライナー MLA150
(ハイデンベルグ・イントルメンツ社製)

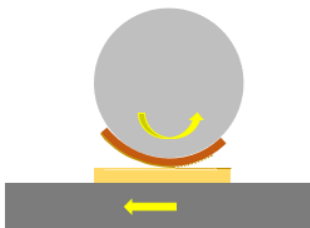
2.2 反転オフセット印刷機について

プリントドエレクトロニクスアプリケーションの回路の大きさの傾向として、透明の基材等を使用する場合に視認性の関係からミクロンレベルの微細な線幅が求められている。

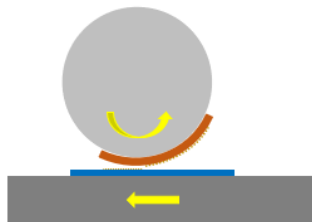
そこで、ミクロンレベルの線幅の印刷が可能な、反転オフセット印刷機(図2)の操作方法を習得しながら転写スピードによる精度の検証を行った。



1. インクをブランケットに塗布する



2. ブランケットに版の形状を転写する
(版の凹の部分のインクがブランケット側に残る)



3. ブランケットに転写された形状を
基材に印刷する

図2 反転オフセット印刷機の印刷工程の概要

3 実験結果及び考察

3.1 簡易印刷版の作成について

10mm角の範囲に5 μ mのラインアンドスペースのパターンをシリコンウエハ上に36個配置したサンプルでは、①から⑥までを通して1時間程度で簡易版が作製できる手法を確立した。

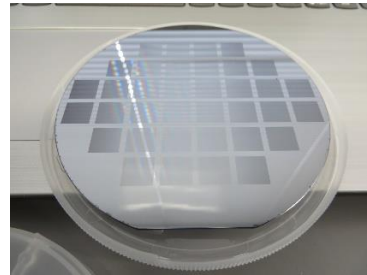


図3 シリコンウエハ上に配置されたパターン

3.2 反転オフセット印刷機の転写速度による転写状態の傾向について

反転オフセット印刷機には様々なパラメータがあるが、転写速度と押し込み量の変更に絞り転写状態の傾向を把握した。

Agナノインク、10 μ mの線幅のサンプル形状の版を用い、反転オフセット印刷機の転写精度の傾向を把握するために、転写速度を変化させた。

表1 転写速度のみ変化させた場合のそれぞれの状態



転写速度	印刷されたサンプル
1mm/s	
14mm/s	

転写速度を比較すると、速度が1mm/sで印刷されたサンプルでは剥離が見られた。これは、基材に転写される前にインクが乾燥し、ブランケット側に一部残ってしまったことからインクが定着しなかったと推測する。

3.3 反転オフセット印刷機の押込み量の転写状態への影響について

転写速度を7mm/sの状態、基材に転写する際の押込み量を変化させ、印刷状態を観察した。

表 2 押込み量のみ変化させた場合のそれぞれの状態

押込み量(um)	印刷されたサンプル
0(基準)	
-10	

基準とした押込み量より10 μ m上方に変化させたサンプルの状態を見ると正確に転写されていることが確認できた。基準の押込み量で印刷されたサンプルは、端面に剥離が見られた。これはインクの受け渡しが行われるソフトタッチの状態を超えたことから起こると推測する。

4 結言

本年度は、下記のとおり、簡易印刷版の作製手法の確立及び印刷条件検討の事前実験を行い、来年度に計画している印刷によるデバイス作製に繋がられる結果となった。

- (1) 簡易印刷版の作製手法
- (2) 高精度反転オフセット印刷機の操作方法確認
- (3) 転写スピード及び押込み量による転写状態の傾向

謝辞

本研究を進めるにあたり、山形大学有機エレクトロニクス研究センター 時任静士卓越研究教授及び竹田泰典助教、東北大学マイクロシステム融合研究開発センター 戸津健太郎副センター長及び中尾正史講師には多大なるご協力を頂きました。ここに謝意を表します。

参考文献

- 1) 時任静士:フレキシブル印刷有機エレクトロニクスの進展開.日本印刷学会誌第56巻第3号別刷

- 2) 竹田泰典:印刷法を用いた有機集積回路の作製プロセスの開発と性能評価. 電子情報通信学会論文誌 C Vol.J103-C No.3 114-119(2020)
- 3) 森山雅昭: シリコン深掘りエッチング (Deep RIE) における超精密形状制御
<https://www.nanonet.go.jp/magazine/feature/outstanding-staff/1.html>

【短報】

【令和2年度～令和3年度 県単研究】

先端解析技術を活かした材料物性と組織の研究

曾根 宏, 浦 啓祐, 遠藤 崇正, 伊藤 桂介
材料開発・分析技術部

新工法による製品開発や新材料開発において、大規模計算によるシミュレーションや放射光施設、中性子線実験施設等を利用した例がある一方で、規模の小さな開発案件についてはトライアンドエラーによる開発が多く、組成や加工条件等の違いがどのように物性や製品の出来映えに影響しているのか不明なまま、製品製造時や完成品に不具合がなければそのまま開発は終了となっていた。

本研究では、プレス加工製品とセラミックスシンチレータを対象とし、物性と材料組織・組成との関連性、加工条件等と材料組織との関連性を解明し、材料物性の向上や品質向上につなげ、企業の技術開発力向上につなげることを目的とする。

今年度は、プレス加工製品については当センター保有の分析機器を用いて組織観察等を行い、プレス工程の改善に資する情報が得られ、セラミックスシンチレータについては透光性に関連するパラメーターの一部の情報を得たので報告する。

キーワード：プレス加工, シンチレータ, 走査電子顕微鏡, 焼結

1 緒言

新工法による製品開発や新材料開発において、大規模計算によるシミュレーションや放射光施設、中性子線実験施設等を利用した例がある一方で、規模の小さな開発案件についてはトライアンドエラーによる開発が多く、組成や加工条件等の違いがどのように物性や製品の出来映えに影響しているのか不明なまま、製品製造時や完成品に不具合がなければそのまま開発は終了となっていた。

プレス加工製品の開発では、品質工学の観点¹⁾やシミュレーションを用いて^{2), 3)}品質向上や成形性の向上を目的に数多くの開発が続けられてきた。その一方で金型と母材の摩擦・摩耗によるキズ・割れ・シワ・破断・バリなどの発生や加工硬化・潤滑不良などに伴う成形不良は常に発生し、シミュレーションや経験だけでは原因を解明することができないこともあり、様々な視点からの評価技術・知見が求められている。

本研究ではこうした状況に応えるため、不良解析に必要な評価技術を調査し、走査電子顕微鏡による表面観察・破断面観察、XRD等による極点図からの配向特性考察を行いプレス加工における不良原因の解明に資する情報を得ることと目的とする。

一方透光性セラミックスは1950年代にCobleらにより実証され⁴⁾、多くの研究がなされてきたが、近年は単結

晶の代替ではなく、結晶育成では困難な材料合成が期待されている⁵⁾。

放射線検出を目的としたシンチレータは、放射線と物質と相互作用を起こす際、放射線のエネルギーを多く吸収しなければならない。放射線の種類により異なるが、ガンマ線の場合は有効原子番号が大きく、密度が高い必要がある。さらにシンチレーション発光を捉えるため、透明でなければならない。これらの条件を満たす素材として、Ce:Gd₃(Ga, Al)₅O₂ (以下Ce:GAGGと記述する)単結晶や光学セラミックスが挙げられる。Kurosawaらはパルス通電焼結機を用いてCe:GAGGの透光性セラミックスシンチレータの開発に成功しており⁶⁾、実用化が期待されている。これらは高速に焼結実験のできるパルス通電焼結機を用い、多数の実験から添加剤、焼結条件の最適組合わせを決定している。

本研究ではCe:GAGGの一部サイトを希土類に置き換え放射線応答を変化させた素材の焼結方法について、主に加圧力と加熱のタイミングに関する情報を得ることを目的とした。

2 実験方法

2.1 プレス加工製品

サンプルとしてSUS304製プレス加工製品を用いた。

表面の組織観察のため、王水を用いたエッチング処理条件の探索を行った。

既報では、日立ハイテック製SU5000に装備したEDAX PegasusEDS/EBSPを用いて極点図を報告⁷⁾したが、今回は極点図から配向方向に関する解析を行った。

日立ハイテック製SU5000を用いてプレス加工製品断面の二次電子像を観察した。プレス加工時の加工製品への力を類推するため、前処理は行わず、断面を検出器に直接向けて加速電圧15kVで観察した。

2.2 セラミックスシンチレータ

酸化ガリウム、酸化ガドリニウム、酸化セリウム、酸化アルミニウム、酸化セリウム以外の希土類酸化物をCe:GAGG(REE exc Ce 5%)の化学量論比から外れない割合で均一に混合し、その混合体を電気炉内で加熱し、高温合成を行った。これら前駆体固相間の反応は固相内の原子またはイオンの拡散によって成されるため、一般に数百度から千数百度の高温を要する⁸⁾。本実験でも同様の温度帯で加熱した。電気炉はネムス製SS1700B4Sを用い、大気雰囲気中で高温合成した。そこで得たCe:GAGG(REE exc Ce 5%)原料粉末を東洋炭素製グラファイト(ISO-68)の内径20mmのダイス、同素材の直径20mmのパンチを組み合わせ焼結型としたものにパッキングし、パルス通電焼結装置(住友石炭鉱業製Dr.SinterSPS7.40:図1)にセットした。



図1 パルス通電焼結装置 Dr.SinterSPS7.40

焼結温度はパルス通電焼結装置の電流量で制御した。焼結温度、加圧力、焼結時間は全サンプル同条件で、変位と加圧タイミングを統合制御した条件、真空度を制御した条件ものを焼結した。各条件の焼結サンプルを板状に切断し両面を研磨した。

3 実験結果及び考察

3.1 プレス加工製品

図2に王水に30秒浸漬したサンプル写真を示す。粗研磨後にもかかわらず組織が露出しており、各観察に利用できることが分かった。

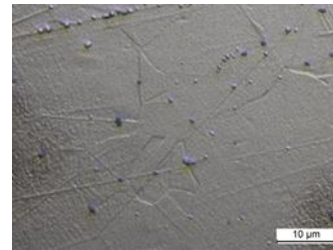


図2 エッチング後サンプル

図3に既報⁷⁾で報告した極点図を示す。図3より、試料の結晶方位がランダムな分布ではなく、配向性を持っていることがわかる。図4に{111}面を示す。図3と図4より圧延することで面心立方格子FCCのすべり面に配向していることが分かった。

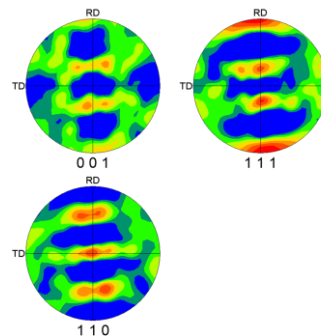


図3 極点図

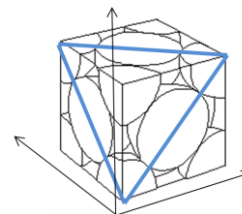


図4 {111}配向面

図5に加工時の流れ方向・その反対側断面の二次電子像を示す。流れ方向断面のみに破断面があり、製品の不具合の原因であることが分かった。

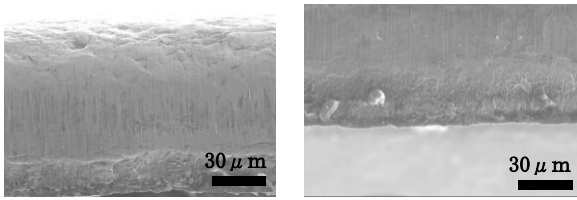


図5 二次電子像 右:流れ方向断面
左:反対側断面

3.4 セラミックスシンチレータ

図6に各条件で焼結したサンプル写真を示す。真空度を上げて焼結したCe:GAGG(REE exc Ce 5%)は直線透光性があることから、加圧力を適正にコントロールした場合、雰囲気中の不純物の量が焼結対象の不純物や空隙の現象に影響があることが分かった。

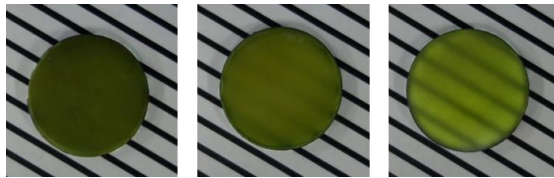


図6 Ce:GAGG(REE exc Ce 5%)セラミックス
左:従来の方法
中:変位に合わせた加圧タイミングの制御
右:真空度制御

4 結言

本年度は、下記のとおり、プレス加工製品の解析を行い、セラミックスシンチレータの焼結条件の探索を行った。来年度に計画しているプレス加工製品の工程改善、セラミックスシンチレータの構造解析に繋げられる結果となった。

- (1) プレス加工製品のエッチング処理、配向特性、二次電子像観察を行い、情報獲得に必要な前処理の最適条件、物性に関する情報を得た。
- (2) Ce:GAGG(REE exc Ce 5%)セラミックスの直線透光性を出す条件のパラメーターの一部を明らかにした。

謝辞

本研究のセラミックスシンチレータ焼結にあたり、京都市産業技術研究所の荒川裕也様をはじめとした研究所の皆様には多大なるご協力を頂きました。ここに謝意を表します。

参考文献

- 1) 夜久仁,プレス部品の品質解析,品質管理,1975-11.26(11臨増).1383-1387
- 2) 矢野裕司 他,成形シミュレーション結果を用いたプレス部品の強度解析に関する基礎評価,平成10年度塑性加工春季講演会講演論文集,1998.407-408
- 3) 粟生英之 他,CAEによる自動車部品のプレス成形性解析,Mitsubishi Motors Technical Review. 1992-3. 4. 51-63
- 4) C. Greskovich and J. P. Chernoch: J. Appl Phys. 44(1974)4599
- 5) The Review of Laser Engineering 47(2019)421
- 6) The Review of Laser Engineering 47(2019)433
- 7) 浦啓祐 他,プレス加工技術高度化高品質化に関する技術調査,宮城県産業技術総合センター研究報告, 2020, No17, 93-94
- 8) (公社)日本セラミックス協会編 セラミック工学ハンドブック第2版 116. 技報堂出版

【短報】

【令和2年度～令和3年度 県単研究】

次世代耐熱・耐摩耗被膜の開発

大山 礼, 阿部 一彦, 宮本 達也, 水上 浩一, 鈴木 鋭二
材料開発・分析技術部

近年、自動車に用いられる高張力鋼板の割合と強度が次々と改良されているが、金型のコーティング技術は従来のTiCN等のPVD膜のままであり、さらなる性能向上が望まれている。一方、東北大学 吉見らによって開発されたMoSiBTiC合金は高い耐熱性と耐摩耗性を有しており、金型への応用も期待できる材料である。そこで、本研究では、MoSiBTiC合金の実用化で課題となっている耐酸化性を改善するとともに、耐熱・耐摩耗コーティングとしてプレス金型やダイカストマシンの部品として応用できないかの検証を実施する。

今年度は、耐酸化性の改善と開発したMoSiBTiC合金を粉末焼結して高温圧縮強度を評価するとともにアルミ溶湯との反応性を評価したので報告する。

キーワード: 金型, プレス, ホットスタンプ, Mo合金, 耐摩耗コーティング, アルミダイカスト

1 緒言

近年、自動車に用いられる高張力鋼板は乗員保護とともに燃費向上による環境保護の観点からその使用率が多くなっている。また、鉄鋼技術開発の進歩によりその強度は1GPaを超える材料も開発されている¹⁾。その中でも通電加熱等で830℃以上に加熱された鋼板をプレス金型で急冷した際に生じるマルテンサイト相変態により強度を高めるホットスタンプという技術により1.5GPa以上の強度を有する高張力鋼板が開発されている^{1), 2)}。ホットスタンプ用金型は830℃以上に加熱された鋼板と接するため、耐摩耗性と耐焼付き性、耐酸化性が求められる。しかし現在主流のプレス金型コーティング技術はPVDによるTiCやTiN膜が主流であり、耐酸化性や大型部材への処理について課題がある。

一方、耐熱合金として注目されるMo合金が東北大学吉見らによって開発されている³⁾。本合金は次世代耐熱合金として長年研究されてきたMoSiBにTiCを添加することで課題とされてきた室温破壊靱性を改善させ、15MPa(m)^{1/2}以上の特性を得ている⁴⁾。本合金はMoSiTiC(モシブチック)と命名され、実用温度1,400℃以上の耐熱合金として開発中であるが、800℃付近の耐酸化性にまだ課題があり、実用には至っていない。

本研究では、耐酸化性に優れたMoSiBTiC合金を開発するとともにプレス金型やダイカスト部品へのコーティング素材として応用可能かを評価し、耐熱・耐摩耗特性に優れたコーティング技術を開発することを目的とする。

2 実験方法

MoSiBTiC母合金はアーク溶解により作製した。元素の添加は1元素毎に行い、1元素添加毎に秤量して目的重量を添加できているかを確認した。溶解はMo→TiC→B→Si→Ti→耐酸化性向上元素の順番で添加し、CはTiC化合物の形態で添加した。作製した合金を横型帯域熔融アーク炉でφ11mmの棒状にし、ガスアトマイズにて粒径～300μmの粉末を作製した。作製した粉末を放電プラズマ焼結機(SPS)にて焼結し、焼結体とアーク溶解材の材料特性を評価した。

耐酸化性の試験は島津製作所のTGA-50を用い、800℃24時間の重量変化を確認することで評価した。実験雰囲気はAr:39.5ml/s, O₂:10.5ml/sのガスフロー雰囲気で行った。試験片サイズは4mm×3mm×3mmである。

作製した合金の高温圧縮強度の評価はインストロンで評価した。真空雰囲気において温度1,400℃、初期ひずみ速度 $2.1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で実施した。試験片は幅2mm×奥行2mm×高さ4mmである。

アルミダイカストマシンの部品として応用する評価としてアルミ溶湯中での溶湯との反応を評価した。アルミ溶湯に24時間及び96時間浸漬し、MoSiBTiC表面にできた化合物をSEM-EDSで評価することで実施した。用いた溶湯はAD12(Si量12wt%)とAC7A(Mg量4.5wt%)である。浸漬した試料サイズは10mm×10mm×1mmである。観察は試料をダイヤモンド砥石で10mm×5mm×1mm

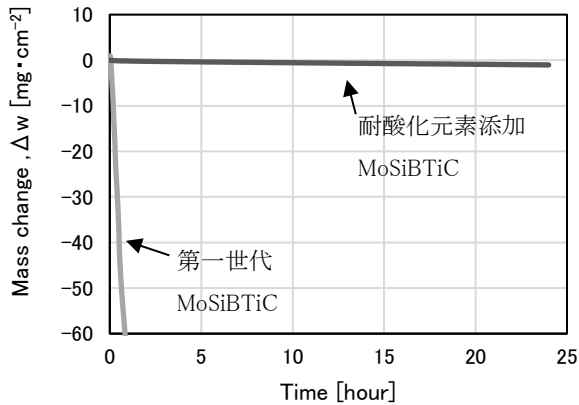


図1 800°Cにおける重量変化曲線

に切断し、10mm×1mm断面をイオンミリング装置でクロスセクションポリッシングして観察した。用いたSEMは日立ハイテクノロジーズ製のSU-5000である。

3 実験結果及び考察

3.1 耐酸化性について

耐酸化試験の結果を図1に示す。比較として第一世代MoSiBTiC (Mo-5Si-10B-10Ti-10C at.%)を図示している。Moは500°C以上で空気中の酸素と生成されるMoO₃が昇華してしまう。このため、第一世代MoSiBTiCでは急激な重量減少がみられたが、Mo相に固溶する耐酸化元素の添加により劇的に重量減少が抑えられている。粉末冶金と溶解で作製した合金の重量変化に差異は見られなかった。

3.2 高温圧縮強度について

高温圧縮強度を図2に示す。溶解材では第一世代MoSiBTiCとほぼ同等の強度を示したが、粉末冶金で作製した試料では半分程度の強度に低下してしまった。粉末冶金試料で強度が低下した原因は非常に細かい組織が影響していると思われるが、詳細は今後調査する予定である。

3.3 アルミ溶湯との反応について

AD12合金660°Cに96時間浸漬したところ、MoSiBTiC表面にはAlとSiの拡散が確認された。組織はMoSiBTiCの形態を示しており、AlとSiがMoSiBTiC内に拡散侵入していることが分かる。また、その厚みは20 μm程度で

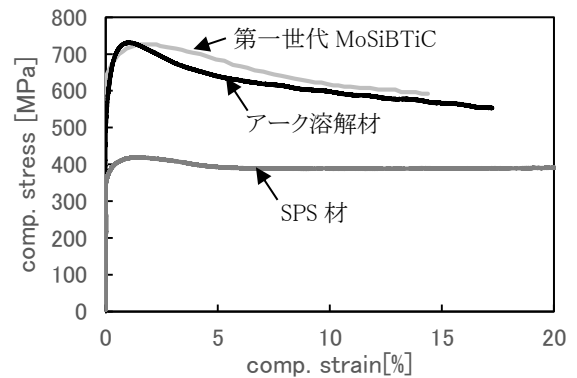


図2 1,400°Cにおける高温圧縮試験結果

はあるが、拡散層にクラックが発生している。対してAC7A合金700°Cに24時間浸漬したところ、MoSiBTiC表面にMo、Mgの反応層が確認できた。この反応層はMoSiBTiC表面から成長する形で形成されている。Si添加されたアルミ合金の場合、今回確認された様なクラックが発生すると考えられ、Siの拡散を防ぐ合金組成を考える必要がある。対しSiを含まないAC7A合金ではクラックも発生せず、良好な表面状態であった。表面の成長層については今後影響を調査する予定である。

4 結言

本年度は、下記のとおり、アーク溶解と粉末冶金で作製したMoSiBTiCの耐酸化性の改善とアルミ溶湯との反応性の評価を実施した。その結果、Mo相に固溶する耐酸化元素の添加により劇的に重量減少が抑えることができた。また、アーク溶解と粉末冶金で作製した合金の重量変化に差異は見られなかった。来年度は今回課題が判明した粉末冶金により作製した場合の高温強度の改善とAl-Si溶湯中でも安定な合金組成の開発に取り組む。

謝辞

本研究を進めるにあたり、東北大学工学部・工学研究科 吉見享祐教授をはじめとした研究室の皆様には多大なるご協力を頂きました。ここに謝意を表します。

参考文献

- 1) 上西朗弘:日本製鉄技報, 412(2019), 8-13
- 2) 齋藤和也:まてりあ, 53(2014), 584-588.

- 3) 吉見享祐, 関戸伸彰, 井田駿太郎: までりあ,
58(2019), 363-370.
- 4) T.Moriyama, et al.: Intermetallics, 84(2017), 92-
102.

【短報】

【令和2年度～令和3年度 素材先端技術活用推進事業】

気象積雪条件による滑雪塗料の機能発現機構の解明に関する研究 — 素材先端技術活用推進事業 —

今野 奈穂, 四戸 大希, 佐藤 勲征
材料開発・分析技術部

(国研)防災科学技術研究所雪氷防災研究センターとの共同研究により, 山形県新庄市と新潟県長岡市で曝露試験を行った結果, 雪質の異なる両市ともに, 設置後6年経過してもワックス添加塗料を塗装した4寸勾配パネルが対照塗料より先行して滑雪する現象が観測された。

また, 人工降雪装置を用いて屋外曝露試験で観測された特徴的な滑雪現象が生じる気象条件を模した室内実験を行った。今回は, 日中の積雪が落雪せずに夜間等に氷点下を迎え, 屋根雪が凍着した後, 翌朝の日照等に伴い気温が上昇する気象条件下にワックス添加塗料が対照塗料に先行して落雪する現象に着目した。当該条件を人工降雪後の実験室温の調整で模擬した実験を行った結果, ワックス添加塗料は, 降雪後の室温上昇で落雪したのに対し, 対照とした一液シリコン塗料は, 降雪後, 夜間零下を模した室温 -5°C 下での屋根と積雪の界面が凍結した後に, 日照等による翌朝の気温上昇を模した室温上昇時まで落雪しなかった。

キーワード: ワックス, 滑雪塗料, 滑雪抵抗, 人工降雪装置, 曝露試験

1 緒言

輸送機器, 半導体, 土木・建築など各産業界において, 様々な表面機能性を持つコーティング材料の開発が求められている。その中で筆者らは, 地域企業とともにワックス成分を酸化重合型樹脂に添加した常温硬化型一液滑雪塗料(以下「ワックス添加塗料」という。)を開発した。この塗料は, 塗膜形成時にワックス成分が表面に浮き出し, 撥水と水滑り性, 低摩擦化を発現する。この表面機能により, 雪の付着し難さや付着しても非常に小さい力で滑り落ちる効果が得られており, 除雪車の除雪機構部のメンテナンス塗料として利用されている。この塗料の塗装により, 除雪機構部に雪が付着しにくくなり, また付着しても振動や軽い力で雪が滑り落ちる効果を示す。その結果, 除雪作業者の労力軽減や除雪作業の効率化に貢献している。

この機能を屋根用塗料に応用することで, 雪下ろし作業を軽減することが期待されるため, 筆者らは地域企業とともに屋根用のワックス添加塗料の開発に取り組んでいる。これまで(国研)防災科学技術研究所雪氷防災研究センター(以下「雪氷防災研究センター」という。)との人工降雪装置を用いた低温実験や曝露試験により, ワックスを添加した塗料の滑雪機能の現象把握を行って

おり, 一定の成果を得ている^{1)~4)}。

本ワックス添加塗料については, 平成 29 年度から令和元年度まで継続してワックス添加塗料の滑雪機能の発現機構(どのような条件で雪が滑り落ちるか)を明確にするための実験を実施した^{1)~4)}。

今年度は, 曝露試験を継続するとともに, 気象積雪条件による滑雪塗料の機能発現機構を解明するために, 雪氷防災研究センターにおいて人工降雪装置を使用した室内実験を行った。

2 実験方法

2.1 曝露試験の実験方法

平成 27 年 12 月より, 雪氷防災研究センター構内にて曝露試験を実施し, 気象・積雪条件によるワックス添加塗料の機能発現機構の解明に資するデータの蓄積を行っている¹⁾。雪質の異なる新庄市及び長岡市に, 各種塗料を塗布した屋根パネルを設置し, 各年 12 月から翌年 3 月まで滑雪の状況をビデオ撮影により観測した。新庄市における実験概要を表 1 に, 長岡市における実験概要を表 2 に示す。

表1 曝露試験概要(新庄市)

No.	塗料種類	勾配	設置年月
1	二液フッ素塗料	4 寸	平成 27 年 12 月
2	一液シリコン塗料		
3	ワックス添加塗料		
4	二液フッ素塗料	2 寸	
5	一液シリコン塗料		
6	ワックス添加塗料		

表2 曝露実験概要(長岡市)

No.	塗料種類	勾配	設置年月
1	新配合ワックス添加塗料※1	4 寸	平成30年1月※2
2	一液シリコン塗料		平成27年12月
3	ワックス添加塗料		
4	新配合ワックス添加塗料※1	2 寸	平成30年1月※2
5	一液シリコン塗料		平成27年12月
6	ワックス添加塗料		

※1 ワックス添加塗料を改良し、速乾性を高めた塗料。

※2 平成29年5月までは、超撥水塗料を設置。

2.2 室内試験の実験方法

曝露試験で観測された降雪現象のメカニズムを検証するため、雪氷防災研究センター新庄雪氷環境実験所の雪氷防災実験棟において、人工降雪装置を用いた実験を行った。本実験では球形状の雪を使用した。

実験は既報⁴⁾で報告したとおり、屋根パネルから落雪する積雪重量の計測と降雪の仕方を動画にて観測することで降雪挙動を調査した。各屋根パネル上端の表面にシート型熱電対を貼り付け、屋根パネル表面及び降雪時の屋根パネルと積雪界面の温度を記録した。屋根パネルの設置角度は4寸勾配とし、塗料はワックス添加塗料及び一液シリコン塗料とした。

実験条件と模擬する現象を表3に示した。まず、同表Stage1のとおり、室温 -5°C 下で降雪させ、屋根パネル上に約17kg積雪させた。これは、低温下での積雪を模している。次に、同表Stage2のとおり、室温を $+2^{\circ}\text{C}$ に上昇させ一定時間保持し、屋根パネルと積雪界面が 0°C を超え、当該界面に融雪水が発生する環境を模した。その後、同表Stage3に示すとおり、再び室温を -5°C に低下させ一定時間保持し、同界面の融雪水が凍結する状況を模した後に、同表Stage4に示すとおり、再び室温

を $+2^{\circ}\text{C}$ に昇温させ、凍結した界面が融解する現象を模して落雪挙動を調べた。これは、昨年度の屋外曝露試験において、日中の積雪が落雪せずに夜間等の氷点下を迎え屋根雪が凍着した後、翌朝の気温上昇に伴い滑雪する現象がみられた環境を模したものである。なお、昇降温速度は同一とした。また、各Stageにおける積雪と塗板の界面の状況を確認するため、ワックス添加塗料または一液シリコン塗料を塗布した小型の塗板を用意し、模擬屋根パネルと同条件下で積雪や温度制御を行い、各Stage温度で一定時間保持した後の界面の様子を観察した。

実験に用いた屋根パネルの水接触角及び摩擦係数を表4及び表5に示す。水接触角及び摩擦係数は既報⁴⁾に従い計測した。

表3 室内実験の実験条件と模擬する現象

Stage	室温	模擬する現象
1	-5°C	降雪
2	$+2^{\circ}\text{C}$	積雪-塗膜界面の融解
3	-5°C	積雪-塗膜界面の凍結
4	$+2^{\circ}\text{C}$	積雪-塗膜界面の再融解

表4 室内実験に用いた屋根パネルの水接触角

	水接触角 [deg.]
ワックス添加塗料	98.01
一液シリコン塗料	82.51

表5 室内実験に用いた屋根パネルの摩擦係数

	静摩擦係数		動摩擦係数	
	上部	下部	上部	下部
ワックス添加塗料	0.430	0.353	0.249	0.308
一液シリコン塗料	0.452	0.446	0.306	0.346

3 実験結果及び考察

3.1 曝露試験の結果及び考察

図1及び図2に示すとおり、雪質の異なる新庄市・長岡市ともに、設置後6年経過しても、ワックス添加塗料を塗装したパネルが先行して滑雪した。

ワックス添加塗料が対照とした一液シリコン塗料に先行して滑雪する現象は、低温下での積雪、気温上昇で

屋根と積雪の界面に融雪水が生じるが落雪せず、夜間低温を迎え屋根と積雪の界面に存在する融雪水が凍結した後、翌朝の日照等に伴い気温が上昇する場合にも確認された。

屋根パネルと積雪との界面の状況は、気温が低温下で屋根パネルに積雪した場合は融雪水の発生はないと考えられる。その後、気温が上昇すると、界面に融雪水が発生するが、融雪水の存在下に積雪が滑り落ちずにそのまま夜間低温環境を迎えた場合、界面では融雪水により強固に凍着すると考えられる。この界面の凍着が翌日の気温上昇により融解する場合において、ワックス添加塗料を塗布した屋根パネルのほうが、一液シリコン塗料よりも先に落雪する。これは、凍着した界面が気温等により融解して発生する融雪水量は両パネルとも同程度であると考え、ワックス添加塗料はより早い段階、つまり融雪水がより少ない段階で滑雪現象が生じるためと考えられる。

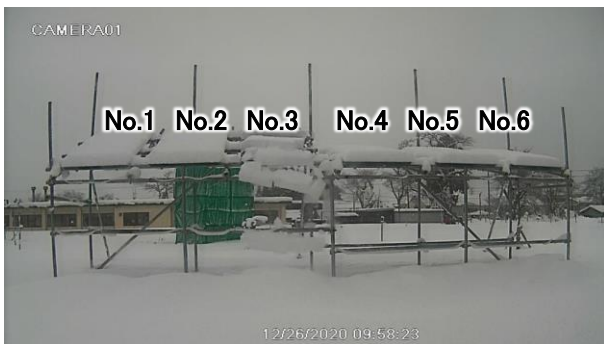


図1 曝露試験(新庄市:2020年12月26日)



図2 曝露試験(長岡市:2020年12月14日)

3.2 室内試験の結果

ワックス添加塗料を塗布した屋根板及び一液シリコン塗料を塗布した屋根板の積雪状況(表3 Stage1)を図3及び図4に示す。その後、室温を昇降温させ、屋根板に積雪した雪が落雪するまでの時間を計測したところ、ワ

ックス添加塗料の積雪は、最初の昇温時(同表 Stage2)に室温が+2℃到達後1分で落雪した。一方、一液シリコン塗料は最初の昇温時には落雪せず、一度-5℃に保持した後の再昇温時(同表 Stage4)に、室温+2℃到達後8時間3分後に落雪した。

図5に室温、屋根パネル表面に貼付した熱電対の計測温度及び積雪重量の変化を示す。



図3 ワックス添加塗料の積雪状況(Stage1)



図4 一液シリコン塗料の積雪状況(Stage1)

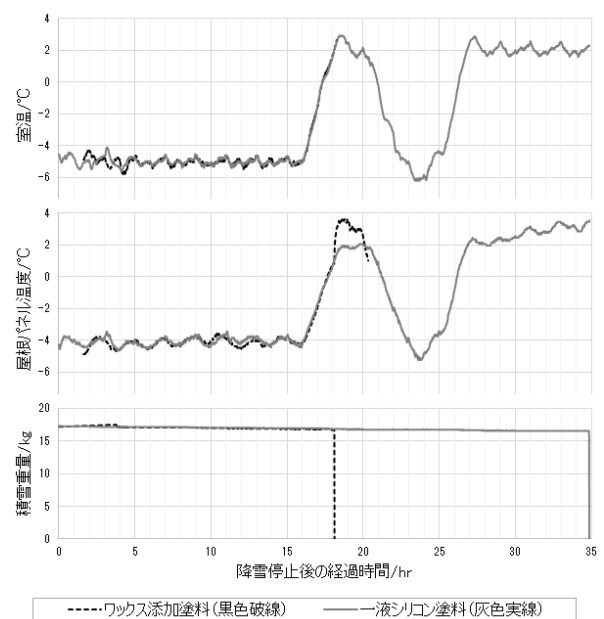


図5 室温(上段)、屋根パネル表面に貼付した熱電対の計測温度(中段)及び積雪重量(下段)の変化

表6 各 Stage での積雪-パネル界面の状態

Stage	室温	ワックス添加塗料		一液シリコン塗料	
		凍着	融雪水	凍着	融雪水
1	-5℃	無し	無し	無し	無し
2	+2℃	無し	有り	無し	有り
3	-5℃	有り	無し	有り	無し
4	+2℃	無し	有り	無し	有り

また、小型パネルで観察した各ステージでの積雪-パネル界面の状態を表6に示す。

屋根パネル表面に貼付した熱電対の温度計測結果及び小型パネルでの積雪-パネル界面の観察結果から、Stage2では、模擬屋根パネルにおいて、屋根パネルと積雪の界面が+1.3℃となり、雪が解けて融雪水が生じていたと考えられる。ワックス添加塗料は、この温度環境下で、一液シリコン塗料に対する滑雪機能の優位性が認められた。これは屋外曝露試験にて、夜間積雪した雪が翌日気温上昇する際に、一液シリコン塗料より早くワックス添加塗料が落雪する傾向がみられることと一致し、昨年度の実験結果を再現する結果となった。しかし、本来の実験目的としていたStage4における凍結界面の再融解後の自然落雪の状況を比較することができなかったため、今後の課題とし、実験方法を見直し、再測定を行うこととしたい。

なお、筆者らは、ワックス添加塗料は表面に選択的に分布するワックス成分により高い撥水性を持つため滑雪性能を発揮するものと推測していたが、今回室内実験に用いた屋根パネルは、ワックス添加塗料と一液シリコン塗料の水接触角の差が少ないにもかかわらず、融雪水が発生する+2℃保持下の低温実験で、ワックス添加塗料の方が先行して落雪する現象を示した。また、試験開始後6年経過している曝露試験でもワックス添加塗料が先行して落雪する現象が観測されたが、一般的な豪雪地域での屋根塗装の塗り替え期間は5年程度とされていることを鑑みると、塗膜の劣化により表面のワックス成分量が低下していてもおかしくない。これらのことから、表面のワックス成分による撥水性以外にも滑雪性能に影響する因子があると考えられる。今回低温実験に用いた屋根パネルの静摩擦係数は、一液シリコン塗料よりもワックス添加塗料が低い傾向を示しており、ワックス添加による静摩擦係数の低下が、積雪が滑り出す際の滑雪抵抗値を低下させる要因の一つと考えられる。

今後、塗膜の粗さや曝露試験を経た塗膜表面の劣化状態などについても引き続き調査し、滑雪機能発現

のメカニズムについて探ってきたい。

4 結言

(国研)防災科学技術研究所雪氷防災研究センターとの共同研究により、山形県新庄市と新潟県長岡市で曝露試験を行った結果、雪質の異なる両市ともに、設置後6年経過してもワックス添加塗料を塗装した4寸勾配パネルが対照塗料より先行して落雪する現象が観測された。

そこで、積雪後の気温上昇で屋根と積雪の界面に融雪水が生じるが落雪せずに、夜間低温を迎え屋根と積雪の界面に存在する融雪水が凍結した後に、翌朝の日照等に伴い気温が上昇する気象条件下に、ワックス添加塗料が先行して落雪する滑雪現象に着目し、人工降雪装置を用いた低温実験を行った。その結果、ワックス添加塗料は、降雪後の室温上昇で落雪したのに対し、対照塗料は、降雪後、夜間零下を模した室温-5℃下での屋根と積雪の界面が凍結した後に、日照等による翌朝の気温上昇を模した室温上昇時まで落雪しなかった。

謝辞

本研究を進めるにあたり、(国研)防災科学技術研究所雪氷防災研究センター 小杉健二室長及び伊藤陽一主幹研究員、東北大学未来科学技術共同研究センター 栗原和枝教授をはじめとする皆様に多大なる御協力をいただきました。ここに謝意を表します。

参考文献

- 1) 佐藤勲征. ワックス添加滑雪塗料の機能発現及び持続要件の探索. 平成28年度宮城県産業技術総合センター研究報告. 2016, No. 14, p. 7-10
- 2) 佐藤勲征, 加藤景輔. 機能性コーティング材料の開発. 平成29年度宮城県産業技術総合センター研究報告. 2017, No. 15, p. 88-89.
- 3) 今野奈穂, 佐藤勲征. 機能性コーティング材料の開発. 平成30年度宮城県産業技術総合センター研究報告. 2019, No.16, p. 71-72.
- 4) 今野奈穂, 加藤景輔, 四戸大希, 佐藤勲征. 機能性コーティング材料の開発. 令和元年度宮城県産業技術総合センター研究報告. 2020, No.17, p. 28-33.

【短報】

【令和2年度～令和4年度 発展税】

次世代素材活用推進事業

遠藤 崇正, 今野 奈穂, 四戸 大希, 佐久間 華織, 推野 敦子, 佐藤 勲征
材料開発・分析技術部

地域企業によるセルロースナノファイバー活用推進のため、機械解繊タイプのセルロースナノファイバーの疎水化がポリプロピレン中での分散性や機械的特性に与える影響を調べた。その結果、疎水化反応時間が長くなることで、セルロースナノファイバーの分散性が良化していくこと、引張試験による破断ひずみが向上することがわかった。

また、繊維長の異なる化学解繊タイプのセルロースナノファイバー水分散液を用いたレオロジー評価を行った。その結果、繊維長が短いセルロースナノファイバーは降伏前の性質が弾性を示さないこと、繊維の長さに伴って降伏応力が増加することがわかった。

キーワード: CNF, 疎水化, 応力増加試験

1 緒言

木質材料の構成成分であるセルロースを主要骨格とするセルロースナノファイバー(CNF)を含むナノセルロース(NC)は、非常に細く結晶化度も高いことから、鋼鉄の1/5の軽さで、その5倍以上の強度を有している。この特徴を利用し、樹脂やゴム、塗料などの機能性向上のための次世代強化繊維としての活用が注目され、国内外で活発に研究されている¹⁾。

このような背景の中、筆者らは地域企業によるCNF活用推進のため、これらの特徴を活かした用途開発やCNF疎水化処理技術開発、CNF及びCNF複合材料の特性評価技術開発、並びにCNF複合材料のための分散(要素)技術開発を行っている。

筆者らはこれまでに機械解繊タイプのCNFを独自の手法で疎水変性することによりポリプロピレン(PP)中での分散性を向上し、PPの機械的特性を向上させることを見出した²⁾。

また、TEMPO(2,2,6,6-テトラメチルピペリジンオキシラジカル)酸化CNF水分散液の粘弾性挙動を調べ、貯蔵弾性率と損失弾性率の関係を明らかにした³⁾。

今年度は、機械解繊タイプのCNFを疎水変性する際に使用する試薬を変え、CNFの疎水化がポリプロピレン(PP)中での分散性やPPの機械的特性へ与える影響を調べた(山形大学との共同研究)。また、繊維長の異なるTEMPO酸化CNFの水分散液を用いたレオロジー評価を行ったので報告する(仙台高等専門学校との共同研究)。

2 PPへの疎水変性CNFの分散性及び機械的特性に与える影響

2.1 実験方法

2.1.1 材料

CNFはダイセルファインケム(株)製のセリッシュKY100G(水分散液)を原料とし、疎水化反応時間を8、16、24時間とし、疎水変性CNFを作製した。

PPは(株)プライムポリマー製のプライムポリプロJ-700GPを用いた。

2.1.2 複合材料の作製

二軸混練機(レオ・ラボ(株)製 Xplore15小型混練機)を用いて、未変性CNF、反応時間の異なる疎水変性CNFを用い、CNF添加量1.0wt%の複合材料を作製した。作製条件は温度190℃、回転数を100rpm、混練時間は10分とした。混練した複合材料は、超小型電動射出成形機((株)新興セルビック製 C.Mobile-0813)を用い、樹脂温度235℃、金型温度50℃でダンベル試験片を作製した。

2.1.3 疎水変性CNFの評価

フーリエ変換赤外分光光度計(FT-IR)のATR法により疎水変性ができているかどうかの確認を行った。

2.1.4 機械的特性の評価

引張試験には万能材料試験機((株)東洋精機製作所製 ストログラフT)を用い、試験速度10mm/minで実施した。

2.2 実験結果及び考察

反応時間を変えた疎水変性CNFのFT-IRスペクトルを図1に示す。

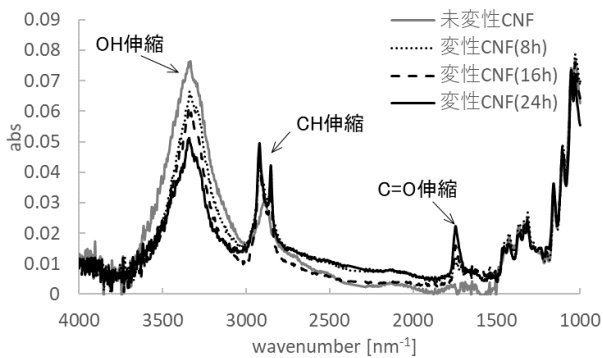


図1 疎水変性CNFのFT-IRスペクトル

図1より、疎水変性したCNFには反応時間にかかわらずCH伸縮振動とC=O伸縮振動が見られ、疎水変性されていることがわかる。

次に反応時間が異なる疎水変性CNF複合材料の試験片から切片を切り出し、光学顕微鏡で観察した結果を図2に示す。

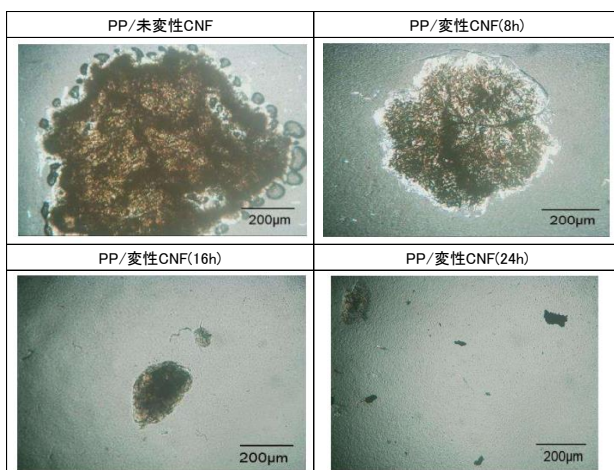


図2 疎水変性CNF複合材料切片の観察結果

図2より、疎水化反応時間が長くなると、CNFの凝集が減っていき、反応時間24時間では凝集物がなくなることが確認できた。

反応時間が異なる疎水変性CNF複合材料における引張試験により得られた応力-歪曲線を図3に、そこから算出された引張特性を表1に示す。

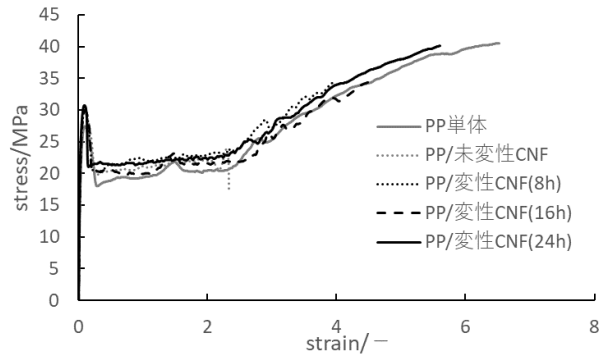


図3 疎水変性CNF複合材料の応力-歪曲

表1 疎水変性CNF複合材料の引張特性

	降伏応力 MPa	最大応力 MPa	破断 ひずみ
PP単体	28.5	41.1	6.5
未変性 CNF	29.7	29.7	2.3
疎水変性 CNF(8hr)	29.9	34.5	3.9
疎水変性 CNF(16hr)	30.0	34.5	4.5
疎水変性 CNF(24hr)	30.8	40.2	5.6

図3及び表1より、CNFの添加により降伏応力が向上し、CNFの疎水変性の反応時間を長くすることで破断ひずみの向上が認められた。

3 TEMPO酸化CNFの水分散液を用いたレオロジー評価

3.1 実験方法

3.1.1 評価材料

第一工業製薬(株)から、繊維長の異なる TEMPO 酸化 CNF3 種類(繊維長が短い順に S, M, L とした)の提供を受けた。提供された原液をそれぞれ水で希釈し、1.0wt%とした。

3.1.2 評価用試料の調整

遠沈管に、原液(または希釈品)を分取し、イオン交換水を添加し、蓋を閉め、上下に振り混和した後、ヒストロン((株)マイクロテック・ニチオン製 NS-57S)で8,000rpm, 10min の条件で攪拌した。その後、自転公転ミキサー((株)シンキー製 泡とり練太郎 AR-100 大気圧タイプ)を用いて、2,200rpm, 5min の条件で脱泡し、評価用試料とした。

3.1.3 レオロジー評価

レオロジー評価として Anton Paar 社製 MCR302 を用いて応力増加試験を実施した。応力増加試験は、一定の割合で 0Pa から定めた応力値まで応力増加を行う手法で、これにより応力-ひずみ線図を得ることができる。各繊維長における実験条件を表 2 に示した。

表 2 応力増加試験条件

繊維長	最大印可 応力 Pa	印可時間 s	応力増加 速度 Pa/s
S	50	100	0.5
M	100	200	
L	200	400	

3.2 実験結果及び考察

表 2 の条件で試験した結果を図 4 に示した。

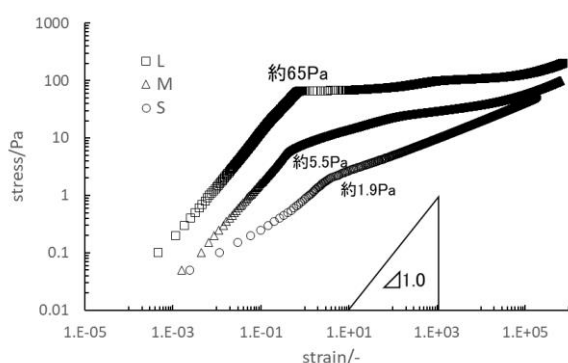


図 4 応力増加試験結果

図4の $\Delta 1.0$ と表記のある傾きが、両対数グラフにおいて比例関係を示す指標である。この傾きと同等の傾きを示すデータはフックの法則より弾性的であると判断できる。この指標と比較すると、繊維長が比較的長めのM, Lは降伏前の性質が弾性を示しているのに対し、繊維長が短いSは降伏前の性質が弾性を示さないことがわかる。

また、繊維長に比例して降伏応力(図4中の数値)が増加しており、サンプルLがM, Sと比べ大きい値を示していることがわかる。これらのことから、濃度1.0wt%の繊維長の短いサンプルは繊維どうしの絡み合いが少なく、弾性的性質が出現しないと考えられた。また、繊維長が長くなると繊維の絡み合いが増え、その強度が大きくなることで降伏応力に影響を与えたものと考察した。

4 結言

CNFの疎水化がPP中での分散性やPPの機械的特性に与える影響を調べた結果、疎水化反応時間が長くなるとCNFの凝集が減っていき、反応時間24時間では凝集物がなくなることが確認できた。引張試験の結果CNFの疎水変性反応時間を長くすることで破断ひずみの向上が認められた。

また、繊維長の異なるTEMPO酸化CNFを用いてレオメーターによる応力増加試験を行った結果、繊維長が短いCNFは降伏前の性質が弾性を示さないこと、繊維の長さに伴って降伏応力が増加することがわかった。

謝辞

本研究は、山形大学大学院有機材料システム研究科 杉本昌隆教授と、仙台高等専門学校名取キャンパス総合工学科 本間一平助教との共同研究の成果である。杉本昌隆教授、本間一平助教、研究室学生には多大なる御協力をいただいた。ここに、謝意を表する。

参考文献

- 1) 矢野浩之:セルロースナノファイバーとその利用,日本ゴム協会誌, Vol.85, No.12(2012)
- 2) 遠藤崇正ら:次世代強化繊維の高度利用技術の開発. 平成29年度宮城県産業技術総合センター研究報告, No.15(2017)
- 3) 遠藤崇正ら:次世代強化繊維の高度利用技術の開発. 平成30年度宮城県産業技術総合センター研究報告, No.16(2018)

【短報】

【令和2年度 県単研究】

機能性油脂を保持したかまぼこの長期保存技術の開発 — 地域特産物の特性制御技術の検討 —

佐藤 信行^{*1}, 大坂 正明^{*2}, 畑中 咲子

食品バイオ技術部

(*¹現 企画・事業推進部, *²現 カゴメ(株)イノベーション本部農資源開発部)

宮城県の主要な特産物である水産練り製品の高付加価値化を目指し、東北大学と青葉化成(株)が開発した「粉末魚油」(DHAを含む油脂を安定化させた粉末)を添加したかまぼこの製造技術の実証に平成29年度から取り組んできた。今年度は、長期常温保存のため、粉末魚油を添加した揚げ蒲鉾のレトルト殺菌条件を検討し、物性、色調等への影響を調査した。その結果、殺菌温度115℃において、加熱時間が長くなるほど破断応力が低下し着色も進む傾向がみられ、殺菌条件として115℃、43分(F値10)が適当と判断した。

キーワード: かまぼこ, DHA, 粉末魚油, レトルト殺菌

1 緒言

宮城県の水産練り製品の生産量は、震災で大きく落ち込んだものの、復旧・復興が進み令和元年度には全国第5位まで回復し、販路開拓に向けた高品質化や新製品開発の取り組みが続いている。

一方、東北大学大学院農学研究科の仲川清隆教授と青葉化成(株)が開発した「粉末魚油」は、必須脂肪酸のDHA(docosahexaenoic acid)を含む油脂を安定化させた粉末で、既存の液状魚油に比べ酸化しにくく、徐放性があることを特徴としている¹⁾。

当センターでは、平成29年度から水産技術総合センターと共同で、酸化に強いDHAを含む健康志向食品として、粉末魚油を添加したかまぼこの製造技術の実証に取り組んできた²⁾。試作したかまぼこは冷蔵商品のため賞味期限は1週間程度だったが、レトルト殺菌すれば賞味期限の延長と常温流通が可能になり、新たな商品形態や販売ルートの開拓につながると考えられた。しかし、レトルト殺菌は121℃4分以上で行う強加熱のため、成分や物性、色調、風味への影響が懸念された³⁾。昨年度はトランスグルタミナーゼ添加がレトルト殺菌後の物性維持に効果があり、DHAはレトルト殺菌後も維持されることを確認した⁴⁾。

今年度は、粉末魚油添加揚げ蒲鉾の最適なレトルト殺菌条件を見出すため、殺菌条件と物性、色調の関係を確認した。また、殺菌前後のDHA及びEPA含有量と香気成分の分析も行った。

2 レトルト殺菌温度の検討

昨年度は実験室レベルでケーシングかまぼこを調製し、殺菌温度121℃での検討を行った。今年度は、実製品に近い揚げかまぼこを調製し、同じ殺菌強度(F値5)で殺菌温度と時間を変えて加熱を行い、物性と色調の測定と食味試験を行った。

2.1 材料

すり身は、スケトウダラ冷凍すり身(プレミアムパシフィックシーフーズ社, SA級)を用いた。粉末魚油は、JENO-3(青葉化成(株), DHA含有量11%), 対照の液状魚油はJENO-3製造に使われている市販精製魚油(DHA含有量22%), トランスグルタミナーゼは味の素(株)のアクティバTG-Kを用いた。

2.2 かまぼこの調製

表1の配合で生地を調製した。冷凍すり身をバンドソー((株)秋山機械, TS-20)で7cm×4cm×1cm程度に切断し、立型式高速カッター((株)エフ・エム・アイ, ロボクープR-10D(真空仕様, 1,500rpm)で空ざり、塩ざりした後、水、アクティバTG-K、あらかじめ3倍量の水(配合内)を加えた粉末魚油を加え混合した。空ざり、塩ざり、混合時の品温は、10℃以下となるよう管理した。

できあがった生地を成型機((株)日本キャリア工業、

フードフォーマー CF-15)で小判型に成形し、スチームコンベクションオーブン(ニチワ電機(株), 電気スチームコンベクションオーブン SCOS-1010RH)により40℃, 90%Rhで1時間保持した(座り)。その後、室内で約1時間保持した後、サラダ油で110℃, 4分, 160℃, 1分の二度揚げを行った。冷却後、多用型真空包装機(吉川工業(株), LHG-P60)でアルミラミネート袋に真空包装し、レトルト殺菌装置((株)サムソン, SGC(MC) 60/10D)でF値5で加熱した(表2)。

表1 生地配合

材 料	配合 (重量比)
冷凍すり身	100
水	70
食塩	2.5
アクティブTG-K	0.5
粉末魚油 (DHA11%)	10

表2 レトルト殺菌条件

温度[℃]	110	115	120
時間[分]	67	27	12
F値 (結果)	5.2	5.4	5.1

2.3 測定方法

物性(破断荷重, 破断歪率)測定は, 調製した揚げかまぼこを5℃で一晩保管した後, 25℃恒温水槽に浸漬して室温に戻してから行った。かまぼこは皮の部分を除いて厚さ約10mmに調整し, クリーブメーター((株)山電 RE2-33005)でロードセル19.6N, 平面クサビ型プランジャー(No.49, クサビ先端幅1mm×13mm, 角度30°)を用いて速度1mm/secで測定した。歪率はプランジャーが試料表面から進んだ距離の試料の厚さに対する割合(%)で示した。破断点での応力を破断応力, 破断点での歪率を破断歪率とした。

色調は厚さ方向と平行に切断した試料の断面を分光測色計(コニカミノルタジャパン(株), CM-700d)を用いて測定した。表色系はCIE LAB色空間, 光源はD65, 正反射光除去方式(SCE), 10° 視野で行った。

水分は小型攪拌機((株)エフ・エム・アイ, ロボクープ RM3200VD, スチール刃)でホモジナイズし, 常圧加熱乾燥助剤添加法(105℃, 5時間)により測定した⁵⁾。

物性と色調は10点以上, 水分は3反復測定し平均値と標準偏差を求めた。

食味試験は食品バイオ技術部の職員8名で, レトルト

処理前のかまぼこを対照に味, 香り, 外観, 色調, 総合評価を5点法により行った。

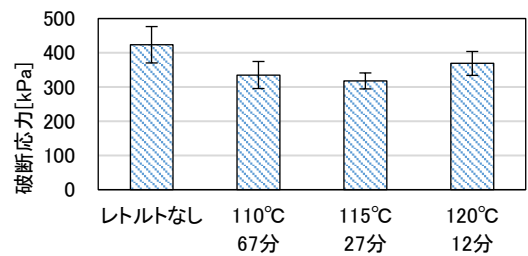
2.4 結果

2.4.1 物性及び色調

レトルト殺菌により, 破断応力, 破断歪率ともに低下したが, F値5において殺菌温度と破断応力等との関係は明確ではなかった(図1)。

レトルト殺菌による加熱着色を確認するため, かまぼこ内部の色調を測定した。色調のb*は, +方向が黄色味, -方向が青味を示す。b*はレトルト殺菌により増加するが, 殺菌温度が高く処理時間が短い方がb*は低く, 着色がやや少ない傾向がみられた(図2)。

【破断応力】



【破断歪率】

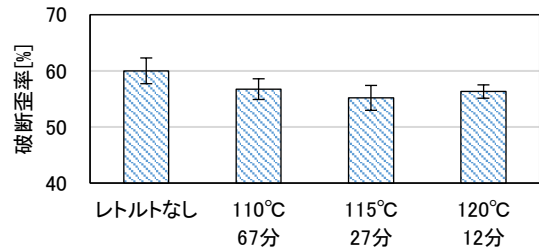


図1 レトルト殺菌条件と破断応力, 破断歪率

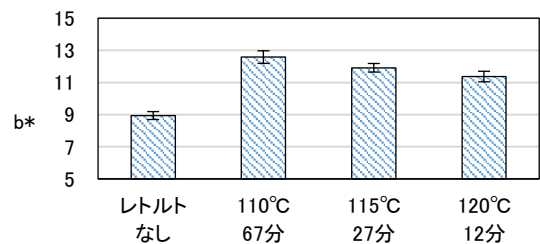


図2 レトルト殺菌条件と色調 (b*)

2.4.2 食味試験

かまぼこはレトルト処理によりやわらかくなるため、トランスグルタミナーゼを加え硬めに調製した。その結果、総合評価でレトルト処理前に比べ処理後の評価が高くなった。香りはレトルト処理温度が高いほど独特のにおい(レトルト臭)が強い傾向がみられた(データ非掲載)。

2.4.3 まとめ

殺菌強度F値5で殺菌温度・時間が異なる場合、かまぼこの物性(破断応力、破断歪)に差はみられなかったが、着色は温度が低く加熱時間が長いほど進んだ。食味試験において120℃でレトルト臭が感じられ、また、110℃では加熱時間が長く着色も進むことから、以後、115℃で殺菌することにした。

3 殺菌時間の検討

殺菌温度115℃において、殺菌時間を変えた場合の物性、色調の違いについて確認した。

3.1 材料とかまぼこの調整方法

材料とかまぼこの調製方法は2.1、2.2と同様とした。レトルト殺菌の条件は表3のとおりとした。

表3 レトルト殺菌条件

温度[℃]	115		
時間[分]	27	43	103
F値(計算値)	5	10	29

3.2 測定方法

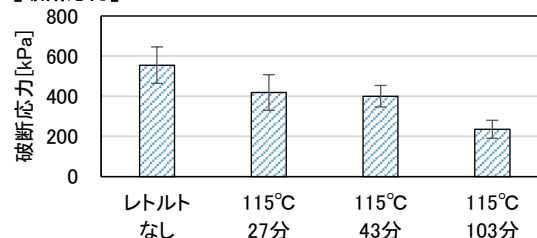
物性と色調の測定方法は2.3のとおりとした。

3.3 結果

殺菌温度115℃において、加熱時間が長くなるほど、破断応力、破断歪率は低下し(図3)、色調(b*)は増加する傾向が見られた(図4)。レトルト殺菌では、F値4以上の加熱を行うことになっているが⁶⁾、F値10とF値4の破断応力、破断歪率、色調が大きく変わらないことと、通常、装置内での温度ムラなども考えF値10以上で殺菌すると

いうアドバイスから、F値10(115℃、43分)が適当と判断した。

【破断応力】



【破断歪率】

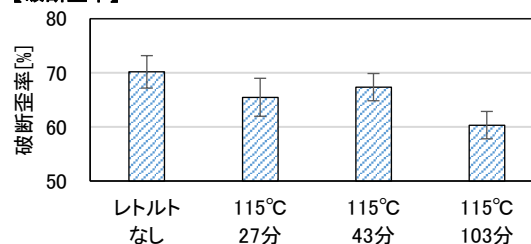


図3 加熱時間と破断応力、破断歪率

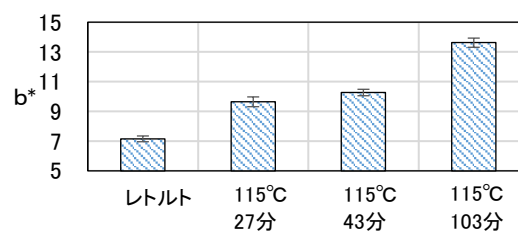


図4 加熱時間と色調(b*)

4 DHA含有量と香気成分

レトルト殺菌揚げかまぼこの保存性を確認するため、現在、常温(24℃)での保存試験を継続中である。スタート時点の特性評価のうちDHA含有量と、2の食味試験でレトルト臭の指摘があったことから、香気成分について分析したので報告する。

4.1材料とかまぼこの調製方法

かまぼこの材料と調製方法は2.1、2.2と同様とした。比較のため、粉末魚油の代わりに液状魚油を添加した揚げかまぼこも試作した。液状魚油は粉末魚油の原料として用いたもので、DHA含有量が粉末魚油の2倍の22%の製品だったため、添加量は粉末魚油の1/2とした。殺菌条件は115℃、45分とした。

4.2 測定方法

魚油にはDHAと同じ必須脂肪酸であるEPA (eicosapentaenoic acid)も含まれているため、EPAの含有量も測定することにした。試料から酸分解法により粗脂肪の抽出⁷⁾を行い、その粗脂肪を乾燥・秤量し、三フッ化ホウ素・メタノール溶液によりエステル交換を行い分析用試料とした⁸⁾。ガスクロマトグラフ(GC)((株)島津製作所, GC-17A)のキャリアガスは窒素, カラムはDB-WAX(30m, 内径0.25mm, 膜厚0.25 μ m)を用いた。エステル交換前にヘプタデカン酸を内部標準として添加した試料と、添加しなかった試料について測定を行い、その差分からDHAとEPAの含有量を算出した。サンプリング及び酸分解法による粗脂肪抽出は2回、ガスクロマトグラフへの注入は3回実施し、6回の測定データから平均値と標準偏差を求めた。

香気成分の分析は固相マイクロ抽出法(以下SPME)によりガスクロマトグラフ質量分析計(以下GCMS)((株)島津製作所, GCMS-QP2010 Plus(Sniffer 9000付))で行った。ホモジナイズしたサンプルを容器に密封し、SPME(DVB/CAR/PDMS)への吸着は40 $^{\circ}$ C, 20分, 脱着を240 $^{\circ}$ C, 2分で行った。カラムはDB-WAX(60m, 膜厚0.5 μ m, 内径0.32mm), キャリアガスはヘリウムを用い、流速3ml/分, カラム温度40~240 $^{\circ}$ C, 昇温速度4 $^{\circ}$ C/分, 分析時間50分で行った。

4.3 結果

4.3.1 DHA含有量

生地におけるDHAの含有量を測定値と計算値で比較した(表4)。粉末魚油区ではほとんど差がなかったが液状魚油区では計算値より測定値が多くなった。

レトルト殺菌後の揚げかまぼこのDHA, EPA含有量(固形分あたり)を加熱前の生地を100%として図5に示した。粉末魚油区, 液状魚油区ともに減少は見られなかった。座り, 揚げ, 冷却及びレトルト殺菌の工程中でドリップが生じていたことから、一部固形分(塩分, 糖分)がドリップとともに溶出し、見かけ上、固形分あたりのDHAは減らなかったとも考えられるが、1回の試作であることから、さらに検証が必要である。

4.3.2 香気成分の測定

GCMS測定において、生地, 揚げかまぼこ, レトルト殺

菌後のかまぼこで違いのみられた香気成分からトリメチルアミン, 2-エチルフラン, n-ヘキサナールの3つについて、図6に示した。

表4 生地のDHA含有量

	DHA(%)		
	計算値		測定値
	湿重量あたり	固形分あたり	固形分あたり
粉末魚油区	0.618%	2.94%	3.12%±0.06%
液状魚油区	0.618%	3.27%	3.78%±0.08%

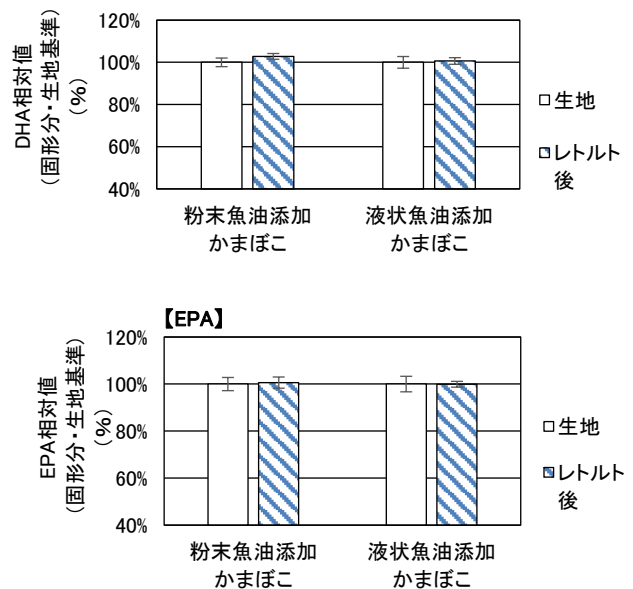


図5 DHA, EPA含有量(相対値)

魚臭の原因物質として知られるトリメチルアミンは、生地に含まれていたが揚げにより減少した。2-エチルフランは、畜肉エキスの風味改良に用いられる成分で⁹⁾、揚げにより減少したがレトルト殺菌後に大きく増加し、粉末魚油区は液状魚油区よりピークが小さかった。n-ヘキサナールは、大豆や草などの青臭い香りとして知られるが、生地で少なく、揚げかまぼことレトルト殺菌後のかまぼこで増加していた。なお、ピークトップが相対強度100となっていたことから、SPMEに飽和吸着していると推測された。

5 結言

粉末魚油を添加した揚げかまぼこの長期常温保存のため、レトルト殺菌条件を検討し、物性, 色調, DHA含

有量等への影響を確認した。

- (1) 殺菌強度一定(F 値 5)でレトルト殺菌温度と時間を変えて加熱を行い、物性と色調を確認した。破断応力と破断歪率に差は見られなかったが、着色は温度が低く加熱時間が長いと進み、食味試験において120℃でレトルト殺菌臭が感じられたことから、以後、115℃での殺菌を行うことにした。
- (2) 殺菌温度 115℃において、殺菌時間を変えて物性と色調を確認した。殺菌時間が長くなるほど破断応力は低下し着色も進んだ。標準的な殺菌条件である F 値 10(115℃, 43 分)が適当と判断した。
- (3) 粉末魚油を添加した揚げかまぼこのDHA及びEPA含有量を測定した。レトルト殺菌後の減少はみられなかった。
- (4) 現在、レトルト殺菌揚げかまぼこの保存性を確認するため、常温(24℃)での保存試験を継続中であり、物性、色調、DHA含有量等の経時変化を調査していく。

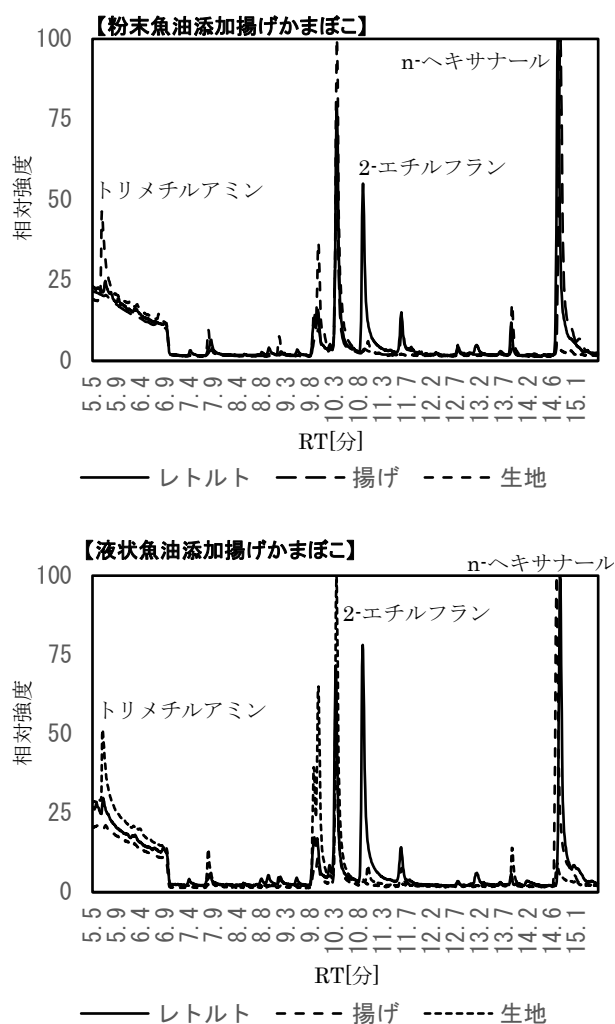


図6 GCMS測定結果

謝辞

本研究を進めるにあたり、東北大学大学院農学研究科 仲川清隆教授をはじめ研究室の皆様、青葉化成(株)泉開発研究所 阿久津光紹課長に貴重なアドバイスを頂きました。宮城県水産技術総合センター 三浦悟副主任研究員を始め職員の皆様には揚げかまぼこの製造とレトルト殺菌で御協力、アドバイスを頂きました。また、宮城県水産練り研究会会員の皆様には製品化へのアドバイスなどご協力を頂きました。ここに謝意を表します。

参考文献

- 1) 半澤康彦, 仲川清隆, 青木茂太, 伊藤隼哉, 松本俊介, 阿久津光紹, 金内誠, 宮澤陽夫. ゼラチンの酵素架橋が粉末魚油の特性に与える影響. 日本食品科学工学会誌. 2016, 63(5), p.209-216.
- 2) 佐藤信行, 藤原健, 千葉友結菜, 伊藤淑恵, 羽生幸弘, 櫻井晃治, 畑中咲子, 橋本建哉. 水産加工品における機能性油脂の安定化技術実証研究. 宮城県産業技術総合センター研究報告, 2019, No.16, p.21-26
- 3) 岡田稔. かまぼこの科学. 成山堂書店. 2000, p.164-165.
- 4) 佐藤信行, 畑中咲子, 橋本建哉. 機能性油脂を保持したかまぼこの長期保存技術の開発. 宮城県産業技術総合センター研究報告, 2020, No.17, p.72-76
- 5) 財団法人日本食品分析センター編. 分析実務者が書いた五訂日本食品標準成分表分析マニュアルの解説. 中央法規出版, 2001, p.10-28.
- 6) 厚生労働省, 容器包装詰加圧加熱殺菌食品の製造基準
- 7) 公益社団法人日本食品衛生協会. 食品衛生検査指針理化学編2015. 2015, p.62-64.
- 8) 公益社団法人日本食品衛生協会. 食品衛生検査指針理化学編2015. 2015, p.73-77.
- 9) 特開2008-193968, 協和発酵フーズ(株)

【短報】

【令和2年度 県単研究】

減塩味噌の製造プロセスの検討 — 地域特産物の特性制御技術の検討 —

羽生 幸弘, 浅野 壮宏, 畑中 咲子
食品バイオ技術部

仙台味噌は赤色系辛口味噌の一つであり、宮城県の特産物としても知られているが、近年、消費者の減塩志向により、減塩味噌の需要も高まっている。そこで、仙台味噌らしい風味を持った減塩味噌を実現するため、昨年度までに塩分濃度が香り・味等に与える影響を確認し、製造プロセスの最適化を試みた。

今年度は、前年度小規模仕込試験(20kg)で最適化した塩分濃度及び水分量に基づき、県内の味噌製造企業の協力により、中規模(80kg程度)での試験仕込を実施した。得られた製品について官能評価及び味評価装置、HSGCによる分析を行った結果、減塩味噌は仙台味噌と同等という評価が得られた。

キーワード: 仙台味噌, 減塩, 味香り評価, ガスクロマトグラフ質量分析装置(GCMS), ヘッドスペースガスクロマトグラフ(HSGC)

1 緒言

味噌は、大豆、塩、麴を原料として作られる日本の伝統的な調味料であり、麴の種類によって、米味噌、豆味噌、麦味噌に分類される¹⁾。仙台味噌は米味噌に分類され、大豆由来の旨味と味噌らしい深い香りが特徴である。また、赤色系辛口味噌の一つとして全国的な知名度があり、宮城県の歴史や地域文化に根ざした特産品である。

近年、消費者の和食離れを背景に味噌の消費量は減少傾向にあるものの、日本人の食塩摂取量は「平成27年国民健康・栄養調査」では11g/日²⁾となっており、日本人の食事基準(2015年版)における基準値(男性で8g/日、女性で7g/日)³⁾を上回る状況が続いている。また、基準値については、2020年に男性で7.5g、女性で6.5gとさらに引き下げが行われた⁴⁾。減塩促進のために様々な取組がなされており、その一つとして、味噌・醤油に代表される調味料は高塩分食材として使用量を減らすよう推奨されている。味噌業界ではこうした消費者の減塩志向に対応し、現在、50%以上の減塩を達成している商品も登場している。

県内で生産される「仙台味噌」は、「統一仕込要領」⁵⁾にて米麴が大豆量に対して5割～8割、塩分濃度が11%～13%といった基準を設けてブランド力を高めるための方策を施してきたものの、出荷量は減少傾向にある。宮城県内でも減塩味噌を製造しているメーカーはあるが、普及している減塩味噌の製法は麴を多く用いたり、

初期にアルコールを添加したりするため、大豆の旨味と香りを特徴とする仙台味噌と異なる風味となってしまう。そのため、宮城県みそ技能士会では、仙台味噌らしい味・香り等の特徴を持つ減塩味噌を製造できないか平成29年度から試験を開始した。

本研究では、これまでに仙台味噌らしい風味を持った減塩味噌を実現するため、塩分濃度と香り、味等の関係を明らかにし、管理ポイントを抽出・最適化することにより減塩味噌のモデルプロセスの構築を試みた。今年度は、前年度小規模仕込試験(20kg)にて最適化した塩分濃度及び水分量に基づき、県内の味噌製造企業の協力により、中規模(80kg程度)での試験仕込を実施し、通常仙台味噌を対照に官能評価及び機器分析を実施した。

2 実験方法

2.1 中規模仕込試験

昨年度、小仕込試験にて最適化した条件(塩分9%、水分46%から47%)の検証を行うと共に、スケールアップ時の課題抽出を行うため、80kg程度の中規模仕込試験を実施した。試験場所については、宮城県味噌醤油工業協同組合(以下、味噌組合)にて組合員の中から6社選定し、試験区は減塩区と対照区を設定した。減塩区の仕込条件は、塩分9%、水分46%から47%、米は大豆重量の6割～8割とし、熟成温度等の条件には、通

常生産する製品に合わせた。対照区は、各社で生産している仙台味噌とし、同規模で仕込んだ。

2.2 官能評価

各社の減塩区について、対照区との比較により、「良い」、「やや良い」、「同等」、「やや悪い」、「悪い」の5段階評価で行った。評価項目は「味」、「香り」、「色調」、「組成」、「総合」の5項目とした。宮城県みそ技能士会会員及び味噌組合技術部職員、当センター職員を評価者に61名で行った。

2.3 味覚センサーによる味評価

前報⁶⁾と同様に味覚センサー(α Astree, アルファ・モス(株))による測定及び主成分分析(以下, PCA)を行った。解析には付属のソフト(Alfasoft)の多変量解析機能を用いた。

2.4 香気成分分析

1) ガスクロマトグラフ質量分析装置(GCMS)による分析
前報⁶⁾と同様の方法でガスクロマトグラフ質量分析装置(GCMS-QP2010 Plus, (株)島津製作所)により行った。

2) ヘッドスペースガスクロマトグラフ(HSGC)による分析
ヘッドスペースオートサンプラー付ガスクロマトグラフ

(NexisGC2030/HS-20, (株)島津製作所)により行った。

試料の前処理については1)のGCMS分析と同様に実施し、香気成分の捕集方法は、ヘッドスペース法を用いた。HSGCの分析条件は表1の通りとした。

表1 HSGC測定条件

検出器: 水素炎イオン検出器(FID)
カラムオープン温度: 40℃ 5min-10℃ /min-240℃ 5min
カラム: DB-WAX(10m, i.d.0.1mm, 膜厚0.1 μ m)
注入口温度: 240℃
FID温度: 240℃
キャリアガス: 窒素(N ₂)
サンプル加温: 50℃, 20min

3 実験結果及び考察

3.1 中規模仕込試験

中規模仕込試験を仕込規模60kgから250kgで実施した。6社のうち1社は、仕込み時期が他社と異なったため、評価・分析は5社の味噌で実施した。5社の熟成3ヶ月目の成分(塩分, 水分, pH, アルコール, タンパク分解率, 水分活性, 色調(Y%))は表2の通りであった(味噌組合調べ)。

減塩区ではアルコールが多く、タンパク分解率が高く、pHや色調が低い傾向にあることから対照区と比較して

表2 各社の熟成3ヶ月目の仕込味噌の成分(味噌組合調べ)

	試験区分	塩分 (%)	水分 (g/100g)	pH	アルコール (g/100g)	タンパク分解率 (%)	水分活性	色調 (Y%)
A社	対照	13.0	46.7	5.11	1.09	17.3	0.77	10.8
	減塩	9.3	45.8	4.95	1.68	18.1	0.81	6.3
B社	対照	12.1	49.6	5.27	2.64	19.0	0.80	23.0
	減塩	9.3	47.3	4.70	1.31	27.5	0.82	29.2
C社	対照	11.5	46.5	5.22	1.16	19.1	0.79	13.5
	減塩	9.1	46.6	5.10	1.14	21.2	0.81	11.8
D社	対照	12.6	52.4	5.05	1.80	23.4	0.80	11.6
	減塩	9.2	51.6	5.07	2.02	25.7	0.83	12.2
E社	対照	12.6	47.8	5.20	1.89	19.1	0.78	17.5
	減塩	8.9	46.3	4.90	1.85	24.3	0.81	14.9

表 3 各社の減塩区の官能評価結果(各社の対照区との比較)

	色					香り					味					組成					総合				
	良 い	やや 良い	同 等	やや 悪い	悪 い	良 い	やや 良い	同 等	やや 悪い	悪 い	良 い	やや 良い	同 等	やや 悪い	悪 い	良 い	やや 良い	同 等	やや 悪い	悪 い	良 い	やや 良い	同 等	やや 悪い	悪 い
A 社	0	5	3	38	15	1	10	14	35	1	0	10	24	24	3	0	1	10	46	4	0	2	10	48	1
B 社	2	9	28	19	3	0	1	26	24	10	1	2	21	23	14	1	4	44	11	1	0	4	23	29	5
C 社	1	11	33	15	1	0	3	47	10	1	2	10	36	13	0	0	2	43	16	0	0	11	38	12	0
D 社	2	7	33	19	0	2	4	39	15	1	2	15	34	9	1	2	12	29	17	1	2	11	37	10	1
E 社	3	26	11	21	0	0	11	34	14	2	4	17	30	10	0	0	11	46	4	0	2	16	31	12	0

※網掛け部分は最も人数が多かった評価

発酵・熟成が進行していると考えられた。また、水分活性については対照区と比べて減塩区が高い傾向があるが、黄色ブドウ球菌が増殖可能な最低の水分活性である0.86⁷⁾を下回っていた。

3.2 減塩味噌の官能評価

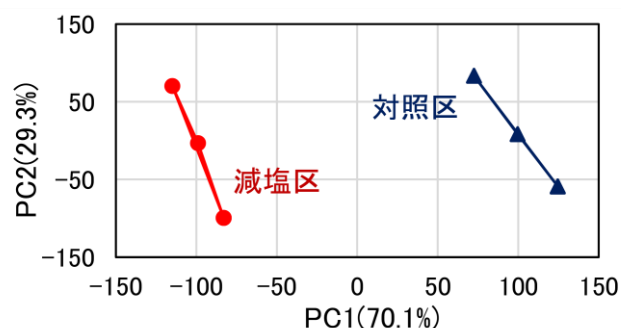
各社の減塩区について、対照区との比較により官能評価を行った結果を表3に示す。

減塩区は「同等」か「やや悪い」という評価が多くなった。また、酸敗することなく「悪い」という評価が少ないことから、概ね目的通りの品質が達成できたものと考えられる。

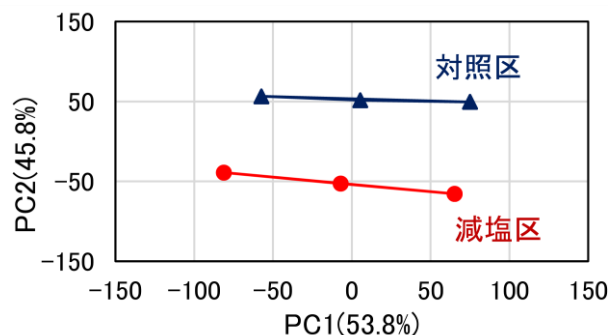
3.3 味覚センサーによる評価

各社の減塩区及び対照区の味覚センサーの応答値より得られたデータを用いてPCAを行った。第1主成分(以下、PC1)及び第2主成分(以下、PC2)の寄与率の合計は90%を超えた。全てのサンプルで、分散を最大とするPC1の寄与率は50%以上となった。図1に代表的な結果としてA社及びC社の結果を示したが、A社ではPC1で減塩区と対照区で重なりが見られず、C社ではPC1で重なりが見られ、A社と同様の傾向がB社で、C社と同様の傾向がD社、E社で見られた。PC1において減塩区及び対照区の重なりが見られることは、すなわち試料間の分散が測定ごとの分散より小さいことを示唆する。

このことから、A社及びB社では減塩区と対照区で味のバランスが異なり、C社、D社及びE社では味のバランスが近いということが示唆され、官能評価と近い結果が得られた。



(a)A 社



(b)C 社

図 1 A 社及び C 社の減塩区、対照区の PCA 結果 (各区、6 回測定のうち 3 回のデータをプロット)

3.4 香気成分分析

香気成分分析については、GCMSに加え、香気成分のバランスを評価するため、HSGCによる測定も実施した。A社の減塩区及び対照区のHSGC測定結果を図2に示す。得られたピークは図中の①から③までであり、減塩区及び対照区で認められたピークの数に違いが見られなかったことから、両者では香りに関与する成分に

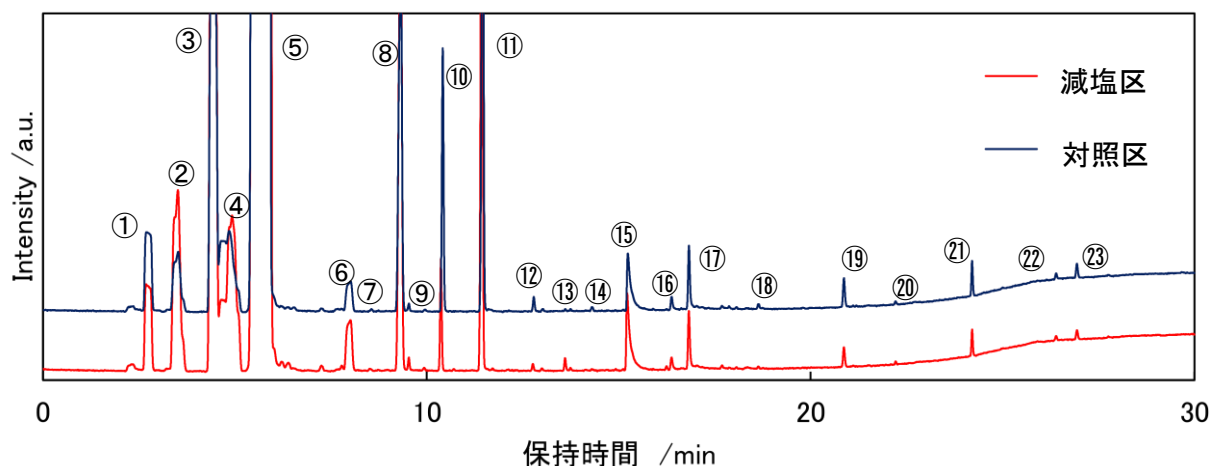


図2 A社の減塩区及び対照区のHSGC結果

大きな違いは見られないことが分かった。しかし、ピーク強度に違いが見られたことから、対照区と減塩区で香気成分のバランスが異なると考えられ、官能評価において「やや悪い」という評価につながったものと考えられた。

また、各社で共通して違いが見られたピークの強度を見ると、④、⑨、⑮、⑱の強度が減塩区で大きく、GCMSでの定性結果と合わせると、それぞれ、④(イソバレルアルデヒド)、⑨(2-メチル2-ブテナール)、⑮(酢酸)、⑱(フェニルアセトアルデヒド)、⑲(フェネチルアルコール)であると推定された。これらの成分の香りの性質をデータベース(AroChemBase, アルファ・モス(株))で検索すると、④、⑨、⑱、⑲はそれぞれアーモンド様、フルーティー、ハチミツ様、バラ様の香り、一方、⑮は刺激臭であった。これらの成分が香りにどう寄与しているかは詳細な検討が必要である。

4 結言

本研究では、仙台味噌の減塩化に向けて、中規模仕込試験を行い、評価、分析を行った。

- (1) 宮城県味噌醤油工業協同組合の組合員6社にて、前年度最適化した塩分濃度及び水分量で中規模仕込試験(80kg程度)を実施した。
- (2) 各社で仕込んだ減塩味噌について、仙台味噌を対照に宮城県みそ技能士会の会員等61名で官能評価を行った。一部、仙台味噌にやや劣るサンプルもあったが、仙台味噌と同等という評価が多く得られた。
- (3) 各社の減塩味噌及び仙台味噌を味評価装置での評価に基づく主成分分析の結果、官能評価と同様の傾向が示された。また、HSGCによる評価においては、

減塩区と対照区で香りに関与する成分に大きな違いが見られなかった。

謝辞

本研究は、宮城県味噌醤油工業協同組合との共同研究により実施いたしました。また、宮城県みそ技能士会の川名醸治会長をはじめとする会員の皆様には味噌試験仕込や官能評価、そしてご助言を頂くなど多大なるご協力を頂きました。ここに謝意を表します。

参考文献

- 1) みそ健康づくり委員会, みそ文化誌, 全国味噌工業協同組合連合会, 2001, 374p.
- 2) 厚生労働省, 平成27年国民健康・栄養調査の概要, 2016
- 3) 菱田明, 佐々木敏, 日本人の食事基準, 2015年版, 第一出版, 2014
- 4) 伊藤貞嘉, 佐々木敏, 日本人の食事摂取基準, 2020年版, 第一出版, 2020
- 5) 宮城県味噌醤油工業協同組合, 本場仙台味噌統一仕込要領, 2008
- 6) 羽生幸弘, 畑中咲子, 減塩味噌の製造プロセスの検討, 令和元年度宮城県産業技術総合センター研究報告, 2020, No.17, p.67-71.
- 7) 清水潮編, 食品微生物1-基礎編 食品微生物の科学, 幸書房, 2001

【短報】

【平成31年度～令和3年度 県単研究】

宮城マイ酵母保存株の特性評価 — 清酒製造技術の高度化 —

吉村 緑
食品バイオ技術部

当センターの保有する清酒酵母の優良かつ特徴的な性質の安定維持と保存を目的として、純米酒製造用として普及している宮城マイ酵母泡なし株の特性評価を行った。

親株である宮城マイ酵母(MY-3102株)を対照株とし、同株の泡なし株候補として保有していた60株について総米200g、4kgの小仕込試験を実施し、その発酵経過や製成酒の成分分析結果により、宮城マイ酵母の低温発酵性ほか優れた特徴を備え、かつ、高泡形成が抑えられた実用候補株を選抜した。

キーワード：清酒、清酒酵母、宮城マイ酵母、泡なし酵母、高泡非形成

1 緒言

宮城マイ酵母(MY-3102株)は宮城の純米酒造りに適した酵母として、平成12年に宮城県酒造組合と当センターが共同開発した酵母であり、低温で良く発酵し、アルコール耐性に優れ、もろみ後半まで良好な発酵経過を維持し、有機酸の生成が少なく、製成酒の酸味がやわらかくなるという特徴を持つ。

開発当初の宮城マイ酵母は高泡形成能を有する酵母であったため、Froth flotation法によって育種した宮城マイ酵母泡なし株(MY-3227株)が平成16年に実用化され¹⁾、宮城県内の酒造メーカーに広く普及し、今日まで10年以上使用されてきた。

本研究では、宮城マイ酵母の優れた特徴が維持されていることを確認するとともに、今後も長く酒造メーカーへ安定して提供可能とすることを目的とし、宮城マイ酵母保存株の性能評価を行った。

2 実験方法

当センターにおいては平成26～30年に配布していた宮城マイ酵母泡なし株(MY-3227株)6株、MY-3227株開発時にMY-3102株を親株とした高泡を形成しない泡なし候補株として共に取得した株MY-3201株～MY-3255株の54株を保有しているが、この計60株の中から宮城マイ酵母として特に優れた性質を維持し、かつ泡なし株として実用に適したものを小仕込試験により選抜することとした。

2.1 総米200g小仕込試験

前述の候補株60株について、総米200g小仕込試験を実施した。対照株として親株である宮城マイ酵母(MY-3102株)を同時に仕込んだ。

試験は2段階で行い、まず60株から10株程度を選抜し、さらに選抜株について同条件で小仕込試験を行った。

小仕込試験は難波ら²⁾の方法に準じて行った。蒸米、麴に換えて α 米、乾燥麴を使用し、仕込配合は表1の通りとした。汲水歩合を130%とし、 α 米については重量の30%、乾燥麴については重量の20%分の補水をそれぞれの仕込時に行った。前日水麴法による酵母仕込にて仕込み、ボーメ6.0、pH4.0の麴エキス培地で20℃、7日間培養した酵母液を10ml添加した。もろみ管理は炭酸ガス減少によるもろみの減量を指標とし、減量が60gに達したものを遠心分離で上槽した。

表1 総米200g小仕込試験の仕込配合

	水麴	添	仲	留	計
総米(g)	10	25	65	100	200
掛米(g)	0	25	55	80	160
麴米(g)	10	0	10	20	40
汲水(ml)	55	0	75	130	260

※水麴時の汲水は酵母培養液10mlを含む

2.2 総米4kg小仕込試験

総米200g小仕込試験にて選抜した株について、総米4kg小仕込試験を実施した。原料米は精米歩合50%の蔵の華を使用し、仕込配合は表2の通りとした。

留仕込までの汲水歩合を130%、もろみ序盤に追水を2回行い総汲水歩合140%とした。もろみ管理については成分分析を1～2日おきに行い、アルコール分18%を目安に上槽した。

表2 総米4kg小仕込試験の仕込配合

	水麴	添	仲	留	追水	計
総米(kg)	0.2	0.5	1.3	2.0		4.0
掛米(kg)	0.0	0.5	1.1	1.6		3.2
麴米(kg)	0.2	0.0	0.2	0.4		0.8
汲水(L)	1.1	0.0	1.5	2.6	0.4	5.6

※水麴時の汲水は酵母培養液0.2Lを含む

2.3 成分分析

もろみろ液や上槽後の製成酒の成分分析は国税庁所定分析法³⁾に準じて行った。グルコース濃度は簡易グルコース測定器Gluco Jr.((株)バイオット)を用いて測定した。

3 実験結果及び考察

3.1 総米200g小仕込試験

候補株60株について、いずれの株も発酵の全期間を通じて高泡は形成しなかった。対照株MY-3102株のもろみ日数は20～21日であったのに対し、MY-3227株の保存株6株は24～26日と、発酵速度が遅かった。候補株のうち、MY-3102株と比較して発酵速度が同等または速く、かつ酸度、アミノ酸度が同等または低いものを基準として、8株選抜した。

次にこの8株について同条件で小仕込試験を実施した(表3)。MY-3102株と比較して発酵速度が同等であったのはMY-3207株とMY-3216株の2株であった。この2株は酸度もMY-3102株より低く、アミノ酸度は同等の値であった。この結果より、MY-3207株とMY-3216株の2株を選抜し、総米4kg小仕込試験に供することとした。

3.2 総米4kg小仕込試験

候補株であるMY-3207株及びMY-3216株について、総米4kg小仕込試験を実施した。もろみの成分の推移について、もろみ日数は対照株であるMY-3102株が27日、MY-3227株が29日、候補株であるMY-3207株が26日、MY-3216株が25日となり、候補株2株がMY-3102株より1～2日先行した(図1)。候補株2株とも酸度は低く推移した(図2)。アミノ酸度の推移はほぼ同等であったが、MY-3207株は他と比較して上槽直前にアミノ酸度が少し上昇した(図3)。もろみの酵母密度は候補株2株ともMY-3102株と同等で 2.2×10^8 cells/ml程度であった。もろみ末期における酵母の生存率はMY-3207株が95%を下回り、特にもろみのアルコール分が17%を超えた場合に、他の3株に比べ生存率の低下が顕著であった。MY-3216株のアルコール分に対する酵母生存率の推移はMY-3102株と同等であった(図4)。製成酒の成分(表4)を対照株MY-3102株と比較すると、酸度は候補2株とも低く、MY-3207株がより低かった。アミノ酸度はMY-3207株がMY-3102株と同程度、MY-3216株はやや低く、香気成分も同等であった。

候補株MY-3207株とMY-3216株を比較すると、製成酒の酸度はMY-3207株の方がより低いものの、対照株2株と比較するとMY-3216株も酸度が低く、宮城マイ酵母泡なし株として十分な値であった。一方で、もろみ末期における酵母生存率はMY-3207株の方が低く、MY-3207株においてもろみ末期にアミノ酸度がやや上昇したのは酵母の死滅が影響したと考えられる。もろみ末期で酵母が死滅すると、酵母の自己消化により細胞内容物が漏出し、雑味や貯蔵中の老香生成の一因となるため、もろみ末期での酵母生存率がより高いMY-3216株の方がより実用に適していると考えられる。

以上の結果より、もろみの発酵が安定しており酸度、アミノ酸度が低く、もろみ末期での酵母生存率が高いMY-3216株を実用候補株とした。

4 結言

平成26～30年に配布していたMY-3227株と、MY-3227株開発時に泡なし候補株として共に取得したMY-3201株～MY-3255株の計60株について小仕込試験を実施した。その結果、低温発酵性が良好で、有機酸やアミノ酸の生成が少ない、宮城マイ酵母の優れた特徴を有するMY-3216株を実用候補株として選抜した。

表3 総米200g小仕込試験(2段階目)の製成酒の成分

	菌株	もろみ日数 (日)	アルコール (%)	日本酒度	酸度	アミノ酸度	グルコース (%)
対照株	MY-3102	20	18.8	-1.18	2.78	1.37	1.42
	MY-3227	24	18.9	-4.12	2.74	1.50	1.90
候補株	MY-3207	20	19.0	-0.83	2.41	1.40	1.50
	MY-3216	20	19.1	-0.37	2.50	1.30	1.47
	MY-3226	23	18.6	-5.27	2.76	1.39	2.11
	MY-3231	22	18.8	-4.20	2.49	1.38	1.87
	MY-3241	22	19.0	-1.28	2.60	1.45	1.62
	MY-3242	23	18.7	-4.91	2.88	1.41	2.04
	MY-3251	24	18.8	-4.02	2.74	1.46	2.10
	MY-3254	27	18.9	-5.00	2.68	1.59	2.19

表4 総米4kg小仕込試験の製成酒の成分

菌株	もろみ日数 (日)	アルコール (%)	日本酒度	酸度	アミノ酸度	グルコース (%)	イソブチル 酢酸 イソアミル カブロン酸				
							酢酸エチル (ppm)	アルコール (ppm)	イソアミル (ppm)	アルコール (ppm)	エチル (ppm)
MY-3102	27	18.1	+4.00	2.92	0.99	0.71	64.83	66.42	2.25	145.87	0.88
MY-3227	29	17.7	-3.72	2.81	0.97	1.18	97.17	70.96	3.16	151.32	1.02
MY-3207	26	17.9	-2.10	2.18	1.02	1.03	91.07	67.24	3.64	160.85	1.06
MY-3216	25	18.0	+1.12	2.40	0.91	0.80	96.10	68.59	3.27	153.35	0.78

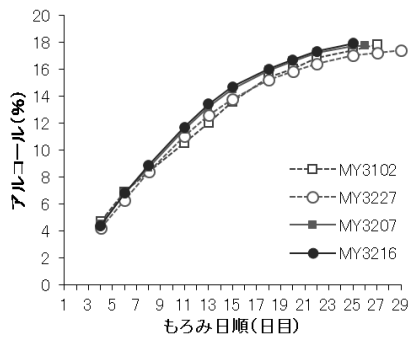


図1 もろみのアルコール分の推移

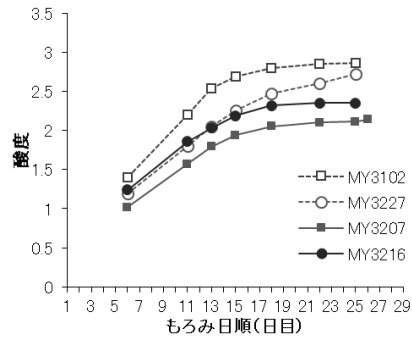


図2 もろみの酸度の推移

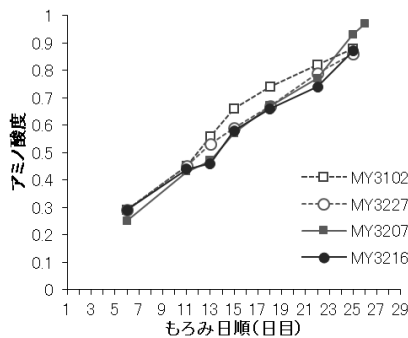


図3 もろみのアミノ酸度の推移

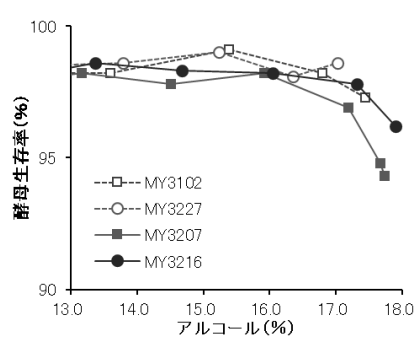


図4 もろみのアルコール分に対する酵母生存率の推移

謝辞

本研究を進めるにあたり、宮城県酒造組合及び加盟企業の皆さまにご助言、ご協力をいただきました。

記して感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 小山誠司, 橋本建哉, 関東宣道, 伊藤謙治. 清酒酵母・宮城マイ酵母の高泡非形成化. 東北農業研究. 2004, 57, p. 263-264.
- 2) 難波康之祐, 小幡孝之, 萱島進, 山崎与四良, 村上光彦, 下田高久. 小仕込試験法の設定. 日本醸造協会誌. 1978, 73(4), p. 295-300.
- 3) 国税庁. 国税庁所定分析法(令和2年6月24日付一部改正)

【ノート】

【ノート】

【令和2年度 先端技術等調査研究事業】

感性分析「9イメージ分類法」に基づく商品開発の調査研究

益田 佳奈, 篠塚 慶介, 伊藤 利憲
企画・事業推進部

感性分析手法の一つである「9イメージ分類法」はブランド戦略の立案や、商品の高付加価値化に向けた検討の際、有効な手法である。その一方、9イメージ分類法の分析結果を読み解くためには、商品開発やブランド戦略に関する一定の知識と経験が必要であるため、経験の浅い商品開発者が同手法を主体的に活用するのは難しいのが現状である。そこで、商品開発に意欲のある中小企業が、商品開発に感性分析を効果的に活用する為のガイドラインとして、9イメージ分類法の有効な活用方法について調査し、商品開発者のための「ガイドブック」と、感性分析9分類を簡便に使える「PCアプリ」を制作した。

キーワード：感性分析, 9イメージ分類法, 商品開発, 商品企画, 市場調査, パッケージデザイン

1 緒言

欧米ではデザインを経営戦略の重要な要因としてとらえている企業も多く、デザインへの投資を行う企業パフォーマンスについての調査研究¹⁾も行われている。これらの調査によると、デザインに投資した結果、その4倍の利益が得られ、株価も10年間で約2倍成長したという報告もみられる(経済産業省調べ²⁾)。

このような調査結果を参考に、経済産業省・特許庁は2018年に「デザイン経営」宣言を発表し、国内企業に向けてデザインをブランド構築やイノベーション創出に活用する経営手法を推進している。

宮城県内においても、デザイン経営を実践しようと試みる中小企業が増えつつあるが、デザイン活用の経験が少ない企業がゼロから実践するのは難しいのが現状である。そこで、県内企業がデザインを使用するための手法として、当センターが研修事業や技術支援で活用している、感性分析手法「9イメージ分類法³⁾」に着目した。

当センターでは、1991年から感性分析手法を用いたデザイン研修を実施しており、これまで20年以上積み重ねたノウハウがある。その経験を基に、県内企業が主体的に感性分析手法を活用するためのガイドラインとPCアプリを研究・開発することとした。

2 感性分析について

日本で商品開発におけるデザインが重要視される動きが始まったのは終戦後で、時代と共に方向性が模索

され、2010年代前後から新たな商品開発の視点が発生し、画一的な大量生産型の商品から、多品種少量生産型の商品にユーザーの関心も移り始めた(図1)。そういった時代背景の下、感性分析手法は、多様化するユーザーニーズを的確に捉え、商品価値を訴求する技術として必要性が高まっている。

感性分析手法のひとつ「イメージの9分類」は、頭の中で思い描くイメージ全体を色彩心理学と認知科学をベースとして9つのグループに分けたもので、商品開発の現場で使うための実践的な分析手法として宮内((株)デザインインテグレート代表/静岡文化芸術大学名誉教授)を中心に開発された。この手法は2014年に特許に認定され(特許第5622193号)、大手飲料メーカーや大手自動車会社をはじめ、地方の中小企業から地方自治体まで多くの商品開発の現場で活用されている。

イメージの9分類では、日常でよく使われる形容詞の中から代表的な117個のワードを抽出し、意味が近いもの同士が隣り合うように配置した図表を用いてイメージを視覚化する。117言語はそれぞれ「愛・素・優・楽・趣・品・華・格・理」の9つのグループに分類され、この図表に分析対象となるイメージを図示することでイメージを視覚的に表現する(図2)。

ただし、この手法は分析対象によって向き不向きがあり、商品パッケージや企業ロゴマーク、キャッチフレーズなどのようにイメージで良し悪しが評価されてきたものには向いている。一方で、機械的性能や材料特性などのように数値で評価されてきたものはこの手法には向いていないため注意が必要である。

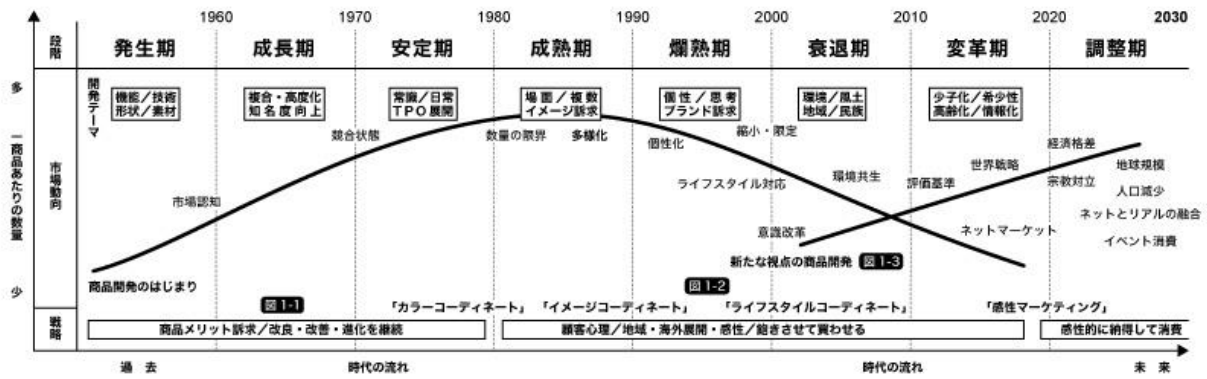


図1 商品開発の変遷及び開発テーマと戦略の変化

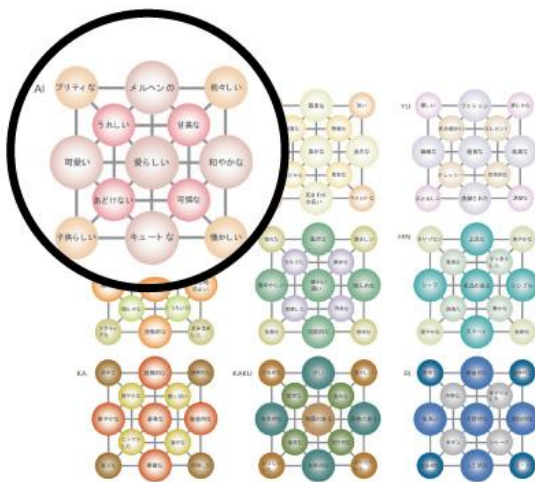


図2 イメージの9分類と117言語の図表⁴⁾

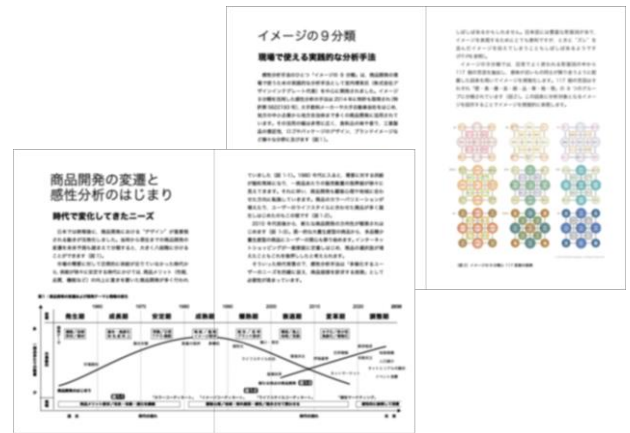


図3 感性分析 WAT9 活用ガイドブック

3 活用ガイドラインとPCアプリについて

感性分析結果の読み解きには、商品開発やブランド戦略に関する一定の知識と経験が必要となる。そこで経験の少ない商品開発者が主体的に活用するための補助ツールとして、感性分析の活用手法を学ぶガイドブック(図3)と、感性分析9分類を簡便に使えるPCアプリを制作した。

3.1 感性分析WAT9活用ガイドブック

主に当センターで主催するデザイン研修の受講者(感性分析について基礎知識を持つ人たち)が、自社で感性分析手法を実践する際に役立つポイントをまとめたガイドブックを制作した。基礎編、応用編、実践編で構成されており、感性分析手法の概要から効果的な活用方法のヒントまで幅広く学ぶことができる。新商品開発や商品の魅力度向上に役立つ内容になっている。

3.2 簡易版WAT9アプリ

感性分析手法を実践する際に必要となる117言語アンケートの集計をより簡便化し、効率的に分析を進めるためのPCアプリを制作した。調査対象名と回答者名を入力し、117言語の中から連想する形容詞を10個チェックして追加ボタンを押すと、入力内容が回答者ごとに記録される(図4)。回答者全員の回答を追加後にエリア分析ボタンを押すと、各イメージの強弱が図5のようにプロットされる。



図4 簡易版 WAT9 アプリ入力画面

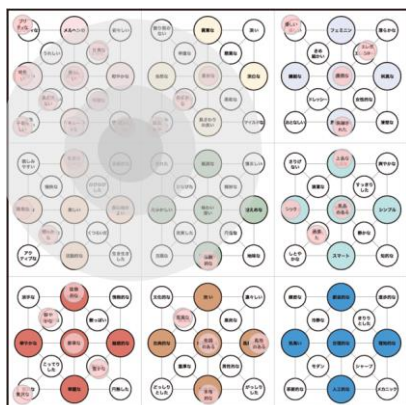


図5 簡易版WAT9アプリ分析結果画面

4 ガイドラインを用いた活用事例

4.1 ガイドラインを用いた感性分析手法の進め方

分析対象を具体的に決定し、簡易版WAT9アプリでアンケートを実施する。回答者は20～30代の男女で5～10名程度が望ましい。

4.2 分析結果の読み解き方

分析アプリを用いると、分析対象の持つイメージがイメージの9分類の図表上(WAT9 9分類相対分布図を参考に制作)に可視化されて表示される(図6)。図表上の各グループに表示される円の大きさが、その分析対象の持つ各イメージの強弱を示している。サンプルAのパッケージデザインからは“愛らしさ”と“楽しい”イメージを強く受け取ることが分析結果から伺える。



図6 サンプルAの分析結果

4.3 商品開発

本項では、商品開発の各工程において、9イメージ分類法の活用が特に有効と考えられるものについて、事例を交えてそれぞれ解説する。

(1) 市場調査

イメージの9分類法を活用して市場調査を行うことが可能である。マーケティングの知識に乏しくても、簡便・短時間で実施でき、売上数や商品価格などの情報と組み合わせると、商品開発の戦略・方向性策定に役立てることが出来る。

例えば、競合商品のイメージをそれぞれWAT9で分析し、イメージの重心位置を一つの表にまとめて位置関係を比較すると、どの市場を狙うかの検討材料としても活用出来る(図7)。

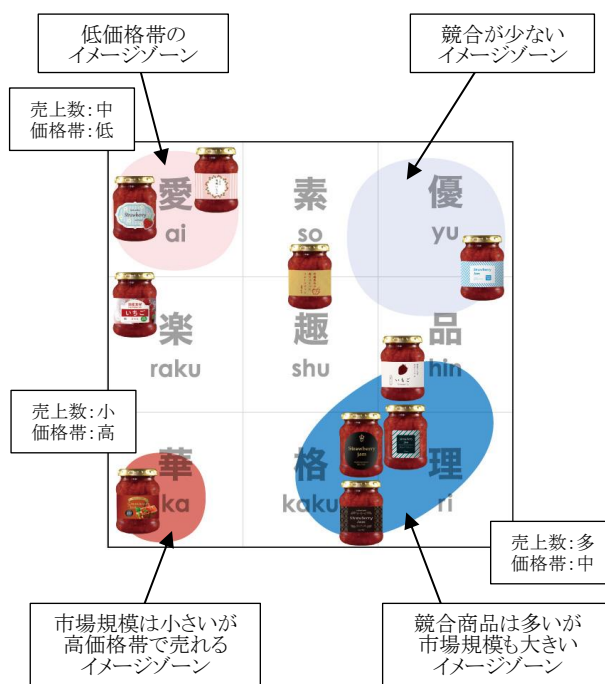


図7 競合商品の分析結果

(2) PDCAサイクル

イメージの9分類の結果を活用すると、評価基準が明確になる為、商品開発におけるPDCAサイクルを明解かつ効率よく運用することが出来る。

・Plan(計画)

計画の目標をイメージの9分類で視覚化し、共有する。目標はターゲットユーザー等を加味して決定する。

・Do(実行)

目標に合わせて製品を設計・試作する。“イメージを目標に合わせる”ことを優先し開発を進める。

・Check(評価)

試作品を分析し、目標とどのくらい合っているかを比較・評価する。商品を構成する各要素(ロゴ・商品名・パッケージなど)はそれぞれ分けて分析する。

・Action(改善)

目標にイメージが合わなかった原因を検証し、改善点を明らかにしていく。→ 計画目標の再検討へ。

3) 河西大介・宮内博実(2013). 感性評価手法によるイメージ提案の研究

<http://design-integrate.jp/wp-content/uploads/2014/11/KANSEI-evaluation-method-IASDR2013.pdf>

4) (株)デザインインテグレート. 基礎研究「イメージの9分類 形容詞リスト」

<http://design-integrate.jp/wp-content/uploads/2014/12/9imagewordslist.pdf>

(3) 構成要素のイメージ統一

一般に流通するほとんどの商品は、商品本体、企業ロゴマーク、商品名、商品パッケージなど複数の要素で構成されている。さらに、食品では味や香りなどの複雑な要素も加わる。それらの構成要素を分解し、個々に分析した結果のイメージゾーンを揃えることで、商品の魅力が高くなり、より消費者への訴求力を高めることが出来る。

5 結言

商品開発に意欲のある県内の中小企業がデザイン経営を実践するための手段として、感性分析手法「9イメージ分類法」を選定し、効果的に活用する方法を学ぶガイドブックと、感性分析9分類を簡便に行えるPCアプリを制作した。ガイドブックは、デザイン研修の受講者が自社で感性分析を実践する際、実際に商品開発を進めるメンバーや経営陣に、感性分析手法を活用する利点を分かり易く説明できる内容になっている。PCアプリは、分析を効率化するだけでなく、ペーパーレス化により集計者の作業が軽減されるほか、入力ミスも防ぐことができるので、初めて感性分析手法を取り入れる企業も取り組みやすい。このガイドラインを基に、新商品の開発や既存商品の魅力度向上に役立てて欲しい。

参考文献

- 1) Meric S. Gertler, Tara Vinodrai(2006). Better by Design? Capturing the Role of Design in Innovation
<https://api.semanticscholar.org/CorpusID:59154292>
- 2) 経済産業省ホームページ『「デザイン経営」宣言』より
<https://www.meti.go.jp/press/2018/05/20180523002/20180523002-1.pdf>

【ノート】

【令和2年度 先端技術等調査研究事業】

深層学習を用いた物体認識技術の高度化

高野 寛己, 小泉 協*, 小野 仁
機械電子情報技術部
(*現 新産業振興課)

産業界を中心に深層学習(Deep Learning)をはじめとしたAI技術の活用が著しい。深層学習を用いた画像処理の代表的技術として、画像分類、物体検出、領域分割(セグメンテーション)などが挙げられる。こうした深層学習技術は様々なタスクに対して、大変有用である場合が多いものの、学習時において大量の正解データが必要となること、評価時において予測結果の根拠が不明瞭であることなどが課題とされている。

当センターでは、こうした深層学習技術の抱える課題に対して有効な手法・手段について調査を行い、「正解データ作成時の工夫」や「予測の判断根拠箇所を可視化する技術」について開発・導入を試みた。

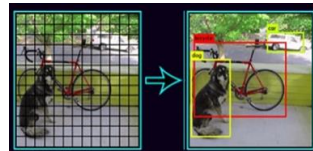
キーワード: AI, 深層学習, Deep Learning, 画像処理, アノテーション, Grad-CAM

1 緒言

深層学習は機械学習の一手法であるニューラルネットワークについて、多数の層を積み重ねたモデルを構築し、十分な学習データで学習を行うことで、複雑な表現や識別能力を持たせる技術である。深層学習は画像処理をはじめ、音声処理、言語処理と様々な分野で広く活用されている¹⁾。特に画像処理分野の研究・開発において、深層学習は必要不可欠な要素技術となり、高い識別性能とその汎用性により、ますます発展を遂げている。深層学習を用いた画像処理の具体的な技術として、画像分類、物体検出、領域分割(セグメンテーション)がある(図1)。それぞれ画像全体に写っている物体を予測・識別する、画像上のどこに物体が写っているか示す、画像全体をピクセル単位で物体(物質)領域ごとにそれぞれ分割する手法である。



(a) 画像分類

(b) 物体検出²⁾

(c) 領域分割(セグメンテーション)

図1 深層学習を用いた画像処理例

こうした深層学習を用いた画像処理は多様なタスクに対して有効であるため、様々な場面での活用が検討されているが、実際の現場で活用する際には、いくつか課題も挙げられる。本稿ではこれら課題について述べ、それらを克服するための工夫や技術について紹介する。

2 正解データ作成時の工夫

深層学習を用いた画像識別のタスクには、多数枚の正解データが必要となる。特にYOLO²⁾やSSD³⁾といった深層学習を用いた物体検出においては、学習データ作成時の際、画像上の物体の位置を指定するラベリング作業(アノテーション)が1枚ごとに必要となり、多数の画像データについて繰り返し同じような作業をすることは非常に煩雑である。

本章では、そうしたラベリング作業の煩雑性を低減させる工夫について紹介する。

2.1 オートアノテーション

動画データについてアノテーションする場合、動画を各フレームに分割し、1枚ずつラベリングする方法が考えられる。この際、検出対象が人間や動物、自動車といったある程度動きが予測できるものであれば、フレーム前後では大きな移動はほとんどないことが多い。そこで一枚目のフレームのみ人間の手作業または物体検出アルゴリズムでアノテーションを行い、それをもとに次フレームについては適切な画像処理技術を組み合わせることで、機械的に正解データを作成できると考えられる。

2.2 手法

本節では、野生動物であるシカ動画のアノテーション作業について述べる。あらかじめ20～30枚程度手作業でアノテーションした画像を用意し、シカをある程度検出できる学習済みモデルを作成する。学習枚数が少ないため、検出漏れや誤検出などが多いモデルとなる。これを「事前学習」とする。

次に事前学習で生成した学習済みモデルを活用し、学習データ枚数を大幅に増やすことを目指す。図2は30秒程度のシカ動画をフレーム毎に画像に分割した1枚目のフレームである。図2のシカを囲んだ矩形領域を追従領域とし、その周囲について縦横416pixels四方を探索領域とする。(参考:YOLO v3²⁾の入力画像サイズは416pixels。)この探索領域について、次フレームの同領域をYOLOに入力し、シカが検出された場合は、その位置情報を学習データとして保存する。なお前述のとおり、事前学習では、検出漏れや検出箇所のずれが大きいため、タスクにもよるが正しく検出できないものも多い。

探索領域においてシカが検出されなかった場合は、前フレームの探索領域内の追従領域周囲で時間差分をとり、変化が大きかった方向へ追従領域を移動させ、当フレームの学習データとする。こうして新しい学習データを機械的に作成することが可能である。ここでは、追従領域周囲の差分画像を2値化し、変化した画素数が多い方向へ追従領域を移動させている。なお画素数にあまり差がない場合は移動せず、追従領域は前フレームと同じ座標位置と設定する。

こうして得られた学習データについて、最後に人間の目視により、明らかに物体位置を示していない学習データの除去を行い、それらを用いて「本学習」を行う。



図2 動画フレームの一例

(白点線枠:探索領域, 黄実線枠:追従領域)

3 予測の判断根拠箇所を可視化する技術

深層学習の中身はブラックボックスと呼ばれることが多く、出力や予測結果の判断根拠を示すことは一般的には難しい。この課題を解決すべく様々な技術が開発検討されている⁴⁾。今回の調査では参考文献4において判断根拠の可視化に有効と見なされた手法の一つである、Grad-CAM⁵⁾の調査を行い、導入を試みた。

3.1 Grad-CAMの原理

(ア) CAM⁶⁾について

図3のように畳み込みニューラルネットワーク(CNN)の最終出力層は、各クラス(カテゴリ)の確率値となる。一つのクラス c に着目した場合、 c は前段の重みそれぞれ w_1, w_2, \dots, w_n と、最終畳み込み層の各特徴マップの平均値との線形結合で表される。最終ニューロン(予測クラス)は確率値であり、例えば重みの数値が大きいくほど確率値も大きくなる。よって前段ニューロンの重みの大きさが、ある予測クラスの判別に重要であると分かる。

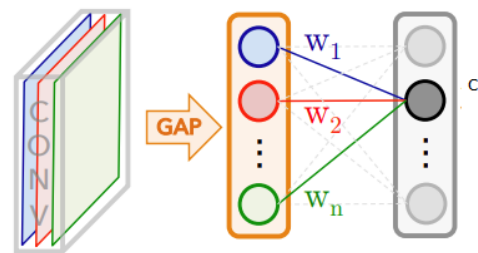


図3 CNNの全結合層⁶⁾

最終畳み込み層の k 番目の特徴マップ $f_k(x, y)$ について、特徴マップ上の座標 (x, y) と特徴マップをプーリングした出力を F_k とすると、式(1)となる。

$$F_k = \sum_{x,y} f_k(x, y) \quad (1)$$

式(1)を用いて、最終ニューロンのクラス c の出力 y_c は式(2)で表される。

$$y_c = \sum_k w_k \sum_{x,y} f_k(x, y) = \sum_{x,y} \sum_k w_k f_k(x, y) \quad (2)$$

式(2)の右辺 $\sum_k w_k f_k(x, y)$ はクラス c におけるCAMを表しており、これを新たに $M_c(x, y)$ と置くと、

$$y_c = \sum_{x,y} M_c(x, y) \quad (3)$$

となる。すなわち $M_c(x, y)$ はクラス c のCAM画像であるから、CAM上の座標がクラス c の判断根拠箇所を指すことが数式的に示された。

(イ) Grad-CAM

Grad-CAMは前項の式(2)の重み w_k について、誤差逆伝播適用時の勾配 α_k^c を活用したものである。勾配 α_k^c は最終ニューロン(クラス c)の出力値を y_c 、 k 番目の特徴マップの出力 $f_k(x, y)$ を用いて、式(4)で表される。

$$\alpha_k^c = \frac{1}{Z} \sum_x \sum_y \frac{\partial y_c}{\partial f_k(x, y)} \quad (4)$$

ここで Z は規格化定数 $Z = \sum_{x,y} 1$ である。

クラス c におけるGrad-CAMを L_c とおくと、式(5)となる。

$$L_c = \text{ReLU} \left(\sum_k \alpha_k^c f_k(x, y) \right) \quad (5)$$

ここでReLU(Rectified Linear Unit)関数は式(6)で表される活性化関数であり、ニューラルネットワークの各レイヤーの出力時に非線形変換をするうえで必要となる。

$$\text{ReLU}(x) = \begin{cases} x & (x \geq 0) \\ 0 & (x < 0) \end{cases} \quad (6)$$

$\frac{\partial y_c}{\partial f_k(x, y)}$ は出力値 y_c を特徴マップ $f_k(x, y)$ で微分したものである。

ある座標 (x, y) において、この値が大きくなった場合、特徴マップ上のその位置が予測クラス c に大きく影響したことが分かる。

3.2 実験結果

実装は機械学習のフレームワークの一つであるTensorflow2.4.0を導入し、python3.7を用いて開発した。統合開発環境としてSpyder(Anaconda3)を用いた。

ハードウェアのスペックは以下の通り。

- CPU: Intel Core i7-9700K CPU
- RAMメモリ: 48GB
- GPU: NVIDIA GeForce GTX1080Ti

今回使用した画像データセットは自然画像の花のデータセットであり、ヒナギク、タンポポ、バラ、ヒマワリ、チューリップ(英名はそれぞれdaisy, dandelion, rose, sunflower, tulip)の5クラス分類を行った。

訓練画像は各クラスで約500~700枚程度、評価画像はそれぞれ50枚を用いた。学習に使用したニューラルネットワークはMobileNet V2⁷⁾であり、学習手法として、あらかじめimagenet(大規模自然画像データセットの一つ)で学習したパラメータを転用し、今回の実験に応じて変更した最終層を20epoch程度学習する、転移学習を行った。その結果性能として、正解率85%程度の識別能力となった。こうして得られた学習済モデルを用いて、画像の評価を行いGrad-CAMの出力を得た。

図4のGrad-CAM画像の出力はOpenCV4.4.0のCOLORMAP_JETを使用した。赤色に近いほど注視領域であり、図4の結果よりニューラルネットワークが、予測の際に花びら付近を注視していることが確認された。なお各図上の正解及び予測については、それぞれ画像の正解ラベルと予測ラベルを表している。



図4 ニューラルネットワークの注視領域

(左) 元画像 (右) Grad-CAM画像

4 結言

深層学習を用いた画像処理技術の現状の課題について調査を行い、解決策となる手法や技術について開発・導入を試みた。本調査で導入したオートアノテーションの手法を用いることで、データ作成段階の冗長作業の軽減が期待される。また評価予測時の際、Grad-CAM等の画像上の注視領域を可視化する技術を用いることで、予測結果に対する説明可能性が向上すると考えられる。

参考文献

- 1) 独立行政法人情報処理推進機構: AI白書2020, 角川アスキー総合研究所, 2020
- 2) J. Redmon, S. Divvala, R. Girshick, and A. Farhadi, "You only look once: Unified, real-time object detection," in 2016 IEEE Conference on CVPR.
- 3) W. Liu, D. Anguelov, D. Erhan, C. Szegedy, S. Reed, C.-Y. Fu, and A. C. Berg, "SSD: Single shot multibox detector," in Computer Vision - ECCV 2016, pp. 21-37, Springer International Publishing, 2016.
- 4) J. Adebayo, J. Gilmer, M. Muelly, I. Goodfellow, M. Hardt, and B. Kim, "Sanity Checks for Saliency Maps Grad-CAM: Visual Explanations from Deep Networks via Gradient-based Localization" in 2018

NeurIPS.

- 5) R. Selvaraju, A. Das, R. Vedantam, M. Cogswell, D.Parikh, and D. Batra, “Grad-cam: Why did you say that?”, arXiv preprint arXiv:1611.07450, 2016.
- 6) B. Zhou, A. Khosla, A. Lapedriza, A. Oliva, A. Torralba, “Learning Deep Features for Discriminative Localization”, in CVPR 2016.
- 7) M. Sandler, A. Howard, M. Zhu, A. Zhmoginov, L.Chen, ”MobileNetV2: Inverted Residuals and Linear Bottlenecks”, arXiv:1801.04381v4, 2019.

【ノート】

無線温度測定システムを用いた恒温恒湿槽の温度性能の評価

林 正博, 小野 仁, 阿部 宏之
機械電子情報技術部

当センターが所有する2台の超低温恒温恒湿槽について、槽内での温度分布や設定温度への到達時間などの温度性能を把握するため、無線温度測定システムを用いた性能評価を行った。その結果、 -50°C ～ 120°C の温度環境でも温度測定が可能であることがわかり、システムが有効に機能することを示した。無線温度測定システムで測定した2台の超低温恒温恒湿槽の平均温度及び遅延時間から、槽内での温度分布、設定温度への到達時間に違いがあることが確認された。

キーワード: IoT, 無線, 恒温恒湿槽

1 緒言

当センターには槽内寸法の異なる2台の超低温恒温恒湿槽があり、定期的に点検・校正を行っている。その際に温度測定を行っているのは、槽内中央と乾球温度検出端が設置されている槽内上方右奥のみであり、それ以外の箇所の温度は明らかになっていない。そこで、各装置の温度性能を把握するため、当センターが開発した無線温度測定システムを用いて槽内各所の温度測定を行った。現状での温度測定システムの耐熱温度は 80°C であり、最高温度 150°C の恒温恒湿槽内の温度測定が不可能であった。恒温恒湿槽内の温度性能評価を行うにあたり、無線温度測定システムを高温対応に改良し、その有効性について、検証を行った。

2 実験

2.1 評価機器

表1に当センターが所有する超低温恒温恒湿槽の主な仕様を示す。2台の主な違いは、槽内寸法及び内扉の有無で、それ以外はほぼ同仕様である。内扉は試験中に試験槽内の試料を観察・操作するためのものであり、内扉の装備により空間温度偏差や温度変化速度などの性能が低下するとされている。

2.2 無線温度測定システム

今回の実験で用いた無線温度測定システムは、送信デバイス、温度センサ、通信ケーブル、受信デバイスで

構成される。槽内が高温となるため、温度センサのみ槽内に置き、槽外の送信デバイスとケーブルを用いて接続する構成とした。送信デバイスには当センターが開発した「IoT体験キット」¹⁾を用いた。図1にIoT体験キットの外観写真を示す。1つの送信デバイスには2個の温度センサが接続可能である。送信デバイスの耐熱温度は 80°C である。

表 1 超低温恒温恒湿槽の主要仕様

メーカー	タバイエスペック(株)	
型式	PSL-4KPH	PSL-2KPH
槽内寸法	W1000×H1000 ×D800mm	W600×H850 ×D600mm
内扉	あり	なし
設定可能温度範囲	$-70\sim 150^{\circ}\text{C}$	$-70\sim 150^{\circ}\text{C}$

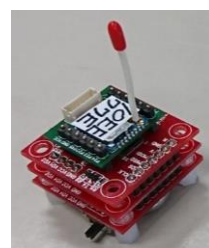


図 1 IoT 体験キットの外観写真

図2に温度センサ(アナログ・デバイスズ社 ADT7410)の外観写真を示す。ADT7410は、温度校正や直線性補正の必要が無く、接続後すぐに使用できるため、IoTにおいて多用されている。ADT7410の仕様²⁾を表2に示す。精度及び測定可能な温度範囲が本実験の要件を満たすものである。

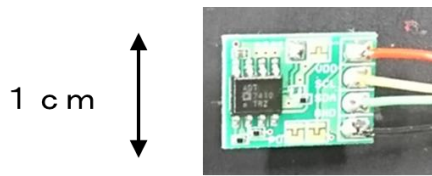


図2 温度センサ(ADT7410)の外観

表2 温度センサ(ADT7410)の仕様

温度範囲	-5.5℃~+15.0℃
温度精度	±0.5℃@-4.0℃~+10.5℃
	±0.7℃@-5.5℃~+15.0℃
温度分解能	0.0078℃
データ取出	1℃バス

温度センサからのデータ取り出しには、I²Cバスを使用した。I²Cバスは、デジタル化されているので、アナログの場合と比較してケーブルの状態がデータ通信に与える影響が少ない。しかしながら、本実験では120℃の高温下で、かつ槽内の温度センサと槽外の送信デバイスを接続するケーブルが長いというデータ通信に不利な状況で測定が行われる。そこで、以下に示す対策を施した。

(1) 高温下での使用対策

槽内の温度が最高で150℃に達するため、ケーブルの被覆、コネクタの材質、ケーブルを識別するための塗料、ケーブルを槽内で固定するための固定具及び熱収縮チューブを、この温度に耐えられるものとした。

(2) 長距離通信への対策

I²Cバス接続のセンサのみを測定対象に近づけるため、I²Cバスの一部を回路から引き出すことはIoTにおいてよく行われる。通常は数cm~数10cm程度までであるが、本実験では3mの長さが必要になる。波形の確認とケーブル材質を吟味した結果、単線で構成されるA社のLANケーブル(耐熱)を用いることにした。

送信デバイスから送信されるデータはパソコンのUSB端子に接続した受信デバイスで受信し、パソコン内の記憶媒体に記録した。また、別途設置したパソコンで槽内に備え付けの乾球温度を記録した。測定間隔はいずれも10秒とした。

2.3 無線温度測定システムの測定精度検証

超低温恒温恒湿槽の温度性能評価を行う前に、無線温度測定システムの有効性を確認するため、温度の測

定精度を検証した。超低温恒温恒湿槽(PSL-4KPH)中央部に8個の温度センサと基準温度計(市販フッ素樹脂被覆センサ:測定精度±0.5℃@-40℃~80℃, ±2.0℃@100℃~155℃)を図3に示すように設置した。超低温恒温恒湿槽の温度設定を-50℃と150℃とした。

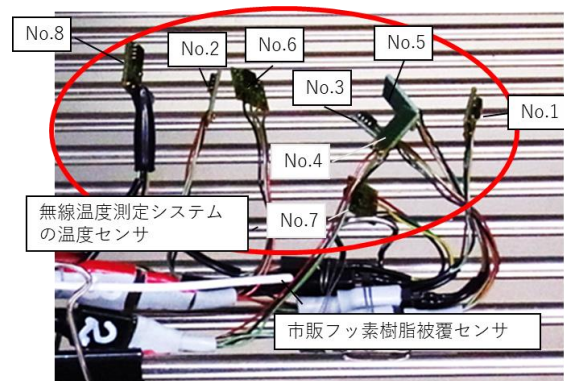


図3 精度検証時の温度センサの設置写真

2.4 温度性能の評価条件と測定箇所

図4に超低温恒温恒湿槽の温度性能評価のために設定した温度制御プログラムをグラフにして示した。温度保持を-50℃(低温)、25℃(常温)、120℃(高温)とし、それぞれの保持時間を6時間とした。なお、昇温、降温に時間を要するため、実際の設定温度での保持時間は6時間よりも短くなる。

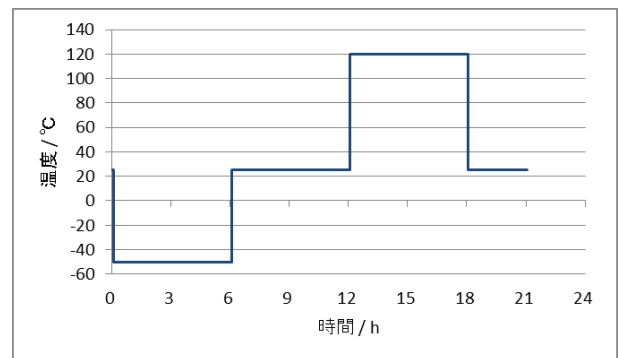


図4 温度制御プログラム

図5に槽内での温度測定箇所の模式図を示す。①~⑮で示した箇所に図3に示した温度センサを設置した。準備した温度センサが6個であったため、上段、中段、下段と3回に分けて測定を行った。各測定において、⑩の位置に温度センサを設置した。3回の測定で⑩の位置の温度センサの温度に大きな違いがないことを予め確認した。

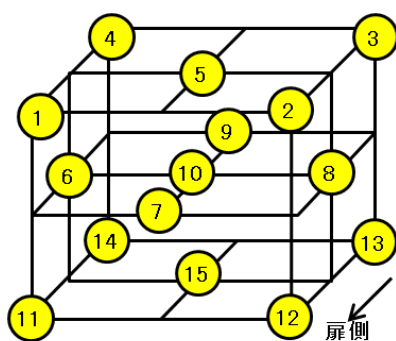


図5 槽内での温度測定箇所

図6にPSL-2KPHの槽内上段の温度測定を行った際の温度センサ設置の写真を示す。温度センサと送信デバイスを接続するケーブルをダブルクリップ等で梯状の棚に固定し、温度センサを①～⑤の位置に設置した。槽内上方右奥には、装置の温度制御に用いる乾球温度検出端がある。これらの配置は、PSL-2KPHとPSL-4KPHのいずれも同様である。



図6 槽内上段での温度センサの設置写真 (PSL-2KPH)

2.5 温度性能の評価項目(平均温度と遅延時間)

図7に120℃設定時の乾球及び中段中央⑩に設置した温度センサの温度変化を示す。乾球温度は120℃設定後、比較的速やかに設定値近傍に達しているのに対し、温度センサの温度は乾球より遅れて設定値に近づくことがわかる。

平均温度の算出は、この遅れによる影響を避けるため、温度保持開始後1時間30分以上の時間が経過し、槽内の温度が十分安定した状態で得られた約4時間分のデータを用いて行った。

また、乾球温度が設定値近傍に到達してから、槽内の温度センサの温度が安定するまでの時間を遅延時間

とし、(温度センサの温度が当該箇所の平均温度 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 以内に到達した時刻) - (乾球温度が平均温度 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 以内に到達した時刻)と定義した。

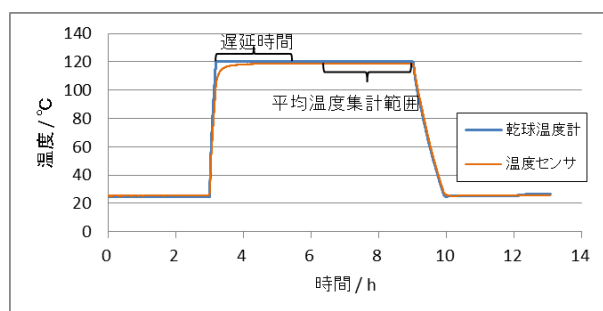


図7 120℃設定時の乾球及び温度センサでの温度測定結果

3 結果

3.1 高温対応無線温度測定システムでの温度測定

超低温恒温恒湿槽(PSL-4KPH)の温度設定を -50°C と 150°C とし、設定温度に到達してから測定を実施した結果を表3に示す。測定結果の最大値と基準温度との差、最小値の基準温度との差が、ほぼ基準温度計の測定精度($\pm 0.5^{\circ}\text{C}@-40^{\circ}\text{C}\sim 80^{\circ}\text{C}$, $\pm 2.0^{\circ}\text{C}@100^{\circ}\text{C}\sim 155^{\circ}\text{C}$)の範囲に収まっており、未校正の無線温度測定システムが正常に機能することが示された。この後の温度測定では、若干不安定な温度センサ2個を除き、温度センサ数を6個とした。

表3 無線温度測定システムでの精度検証結果

設定温度	-50.0°C	$+150.0^{\circ}\text{C}$
平均値	-48.7°C	$+147.7^{\circ}\text{C}$
標準偏差	0.3°C	0.5°C
最大値	-48.1°C	$+148.2^{\circ}\text{C}$
最小値	-49.0°C	$+146.7^{\circ}\text{C}$
基準温度	-48.8°C	$+146.8^{\circ}\text{C}$
平均値の基準温度との差	$+0.1^{\circ}\text{C}$	$+0.9^{\circ}\text{C}$
最大値の基準温度との差	$+0.7^{\circ}\text{C}$	$+1.4^{\circ}\text{C}$
最小値の基準温度との差	-0.2°C	-0.1°C

3.2 超低温恒温恒湿槽内の平均温度

図8に(a)PSL-4KPHと(b)PSL-2KPHの -50°C 設定時の各測定箇所での平均温度を示す。PSL-4KPHの場合、乾球温度は設定値よりも 0.8°C ほど低めで、槽内温度はいずれの場所も設定値よりも高めとなった。PSL-2KPHで

は、乾球温度は設定値とほぼ等しく、槽内の温度は概ね設定値に近いが、数か所で設定値よりも低めとなった。

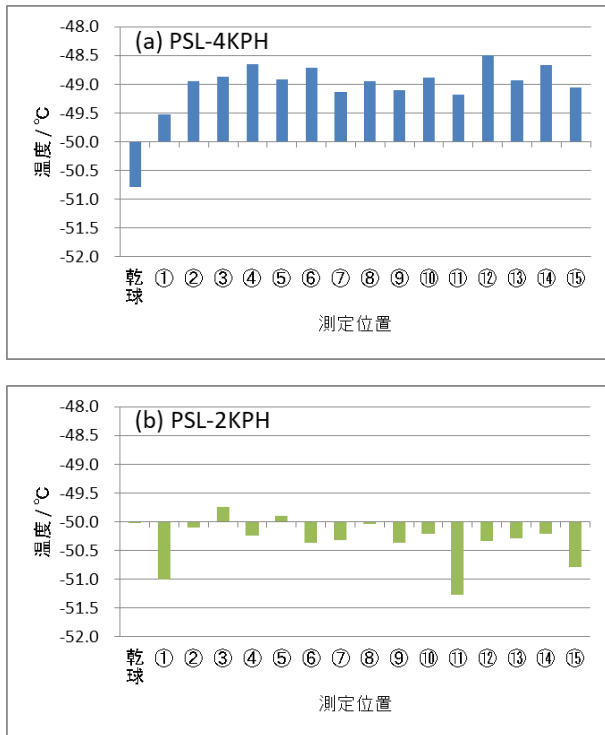


図 8 (a)PSL-4KPH と(b)PSL-2KPH の-50°C設定時の各測定箇所での平均温度

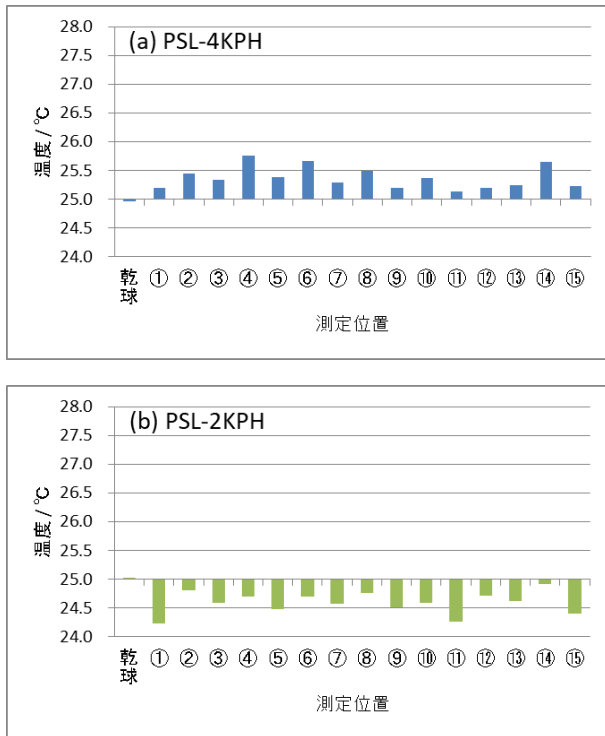


図 9 (a)PSL-4KPH と(b)PSL-2KPH の 25°C設定時の各測定箇所での平均温度

図9に(a)PSL-4KPHと(b)PSL-2KPHの25°C設定時の各測定箇所での平均温度を示す。PSL-4KPH, PSL-2KPHともに乾球温度は設定値と一致した。PSL-4KPHの槽内温度は設定値よりやや高め、PSL-2KPHの槽内温度はやや低めの傾向が見られたが、温度ばらつきは両者ともに最大で1°C未満と良好な結果が得られた。

図10に(a)PSL-4KPHと(b)PSL-2KPHの120°C設定時の各測定箇所での平均温度を示す。2台とも槽内温度は設定値よりも低めとなり、特にPSL-4KPHは測定箇所によるばらつきも比較的大きめであった。

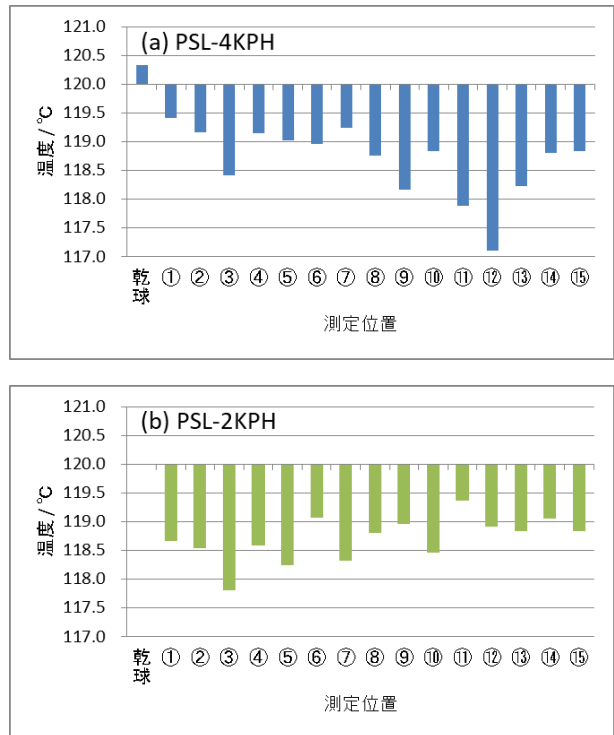


図 10 (a)PSL-4KPH と(b)PSL-2KPH の 120°C設定時の各測定箇所での平均温度

3.3 超低温恒温恒湿槽内の温度到達の遅延時間

図11に(a)PSL-4KPHと(b)PSL-2KPHの-50°C設定時の各測定箇所での遅延時間を示す。PSL-4KPHは比較的ばらつきが大きく、槽内全体の温度が安定するまで25分以上を要したのに対し、PSL-2KPHは3分以内で安定した温度に到達した。

図12に(a)PSL-4KPHと(b)PSL-2KPHの25°C設定時の各測定箇所での遅延時間を示す。PSL-4KPHでは槽内全体が安定した温度に達するまで50分以上を要したのに対し、PSL-2KPHの最大遅延時間は16分であった。

図13に120°C設定時の各測定点での遅延時間を示す。PSL-4KPHの遅延時間は最大80分、PSL-2KPHでは最大41分であった。

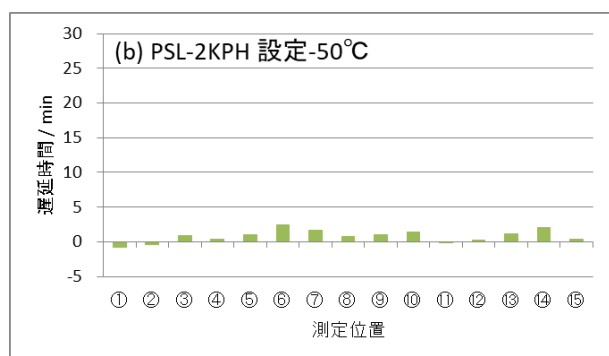
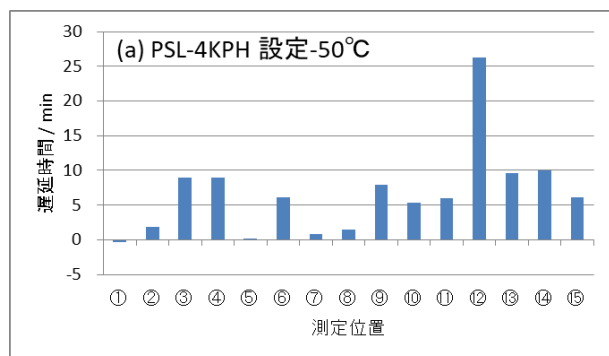


図 11 (a)PSL-4KPH と(b)PSL-2KPH の-50°C設定時の各測定箇所での遅延時間

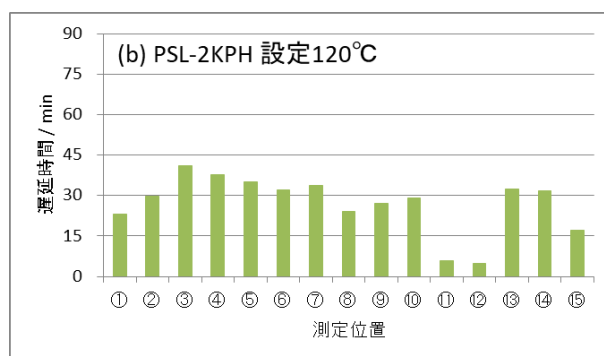
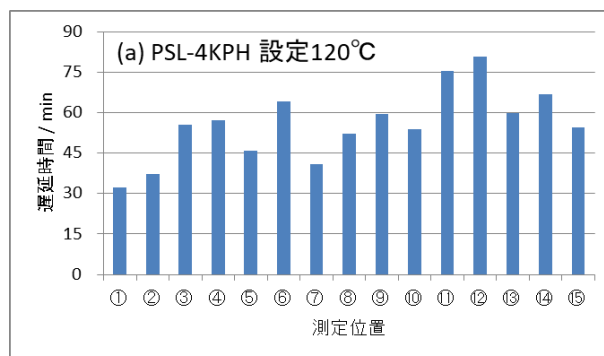


図 13 (a)PSL-4KPH と(b)PSL-2KPH の120°C設定時の各測定箇所での遅延時間

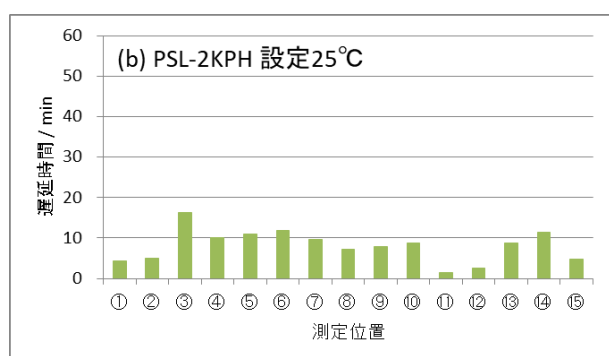
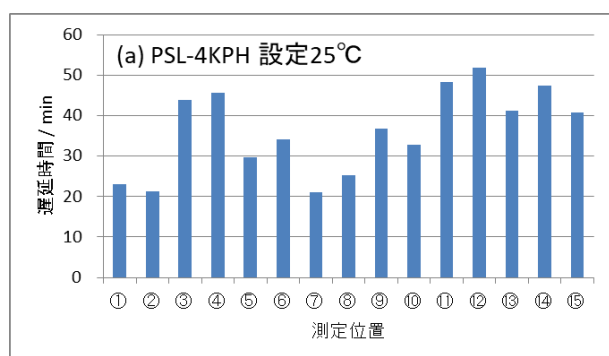


図 12 (a)PSL-4KPH と(b)PSL-2KPH の25°C設定時の各測定箇所での遅延時間

4 結言

当センターが開発した無線温度測定システムを高温(150°C)対応に改良し、恒温恒湿槽内の温度分布を測定した。高温対策、長距離通信対策を施すことで-50°C~120°Cの温度環境でもデータの伝送ができることがわかり、システムの有効性が示された。

超低温恒温恒湿槽の温度性能として平均温度(温度が安定してから約4時間分のデータの平均値)及び遅延時間(平均温度近傍に到達するまでの時間)を測定した。その結果、PSL-4KPHとPSL-2KPHとでは、PSL-2KPHの方が槽内の温度分布が均一で、槽内温度が安定するまでの遅延時間が短い傾向にあることが確認された。これはPSL-2KPHの方が、槽内寸法が小さいことと、PSL-4KPHのみに装備された内扉による影響と考えられる。

本実験では、供試品が設置されていない状態で槽内の温度分布測定を行ったが、供試品を設置し温度分布が変化した状態でも、本実験で有効性が示された無線温度測定システムを用いて温度測定が可能である。

また、IoT体験キットには温度センサだけでなく、湿度センサを接続することも可能であり、今後、温度と湿度の同時測定についても検討していく予定である。

参考文献

- 1) 小野仁 他: 県内シーズを活用したエネルギーハーベスティングおよびセンシングシステムの研究開発, 宮城県産業技術総合センター研究報告, 15, 2017, p.17-22
- 2) ADT7410のデータシート Rev.C:
<https://www.analog.com/media/en/technical-documentation/data-sheets/ADT7410.pdf>

【ノート】

【令和2年度 先端技術等調査研究事業】

機能材料中の軽元素化合物がもたらす材料特性向上・劣化に関する研究

伊藤 桂介, 浦 啓祐, 曾根 宏, 今野 政憲^{*1}

材料開発・分析技術部

(*1現 食品バイオ技術部)

機能材料の表面や内部に存在する酸化物・窒化物・炭化物などの軽元素化合物は、材料性能に多大な影響を与える。しかし、分析対象が軽元素であること、微量含有であることから適用可能な分析手法が限られることが多く、しばしば製品の性能・歩留まり向上を目指すうえで障害となっている。そこで本研究では、産業的に重要な機能材料を対象として、軽元素化合物に適した測定ノウハウを蓄積することを目指した。

キーワード：軽元素, 金属粉末, 放射光, XAFS

1 緒言

機能材料の内部や表面には、保管時の腐食や製造工程でのコンタミネーションに由来する軽元素化合物(酸化物, 窒化物, 炭化物等)が存在する。これらの化合物は母体材料と全く異なる物性をもち、しばしば製品特性に予期せぬ影響を及ぼす。特に近年需要の増す粉末や薄膜等の高度電子材料製品においては、微量の含有であっても大きな性能向上・劣化を引き起こされるため、これら軽元素化合物の把握と対策が重要なテーマとなっている。

2 金属粉末表面の軽元素化合物

軽元素化合物の存在が大きく影響する材料として、金属粉末が挙げられる。これら金属粉末の表面には酸化物や水酸化物等から構成される被膜層が存在し、粉末焼結や焼成のプロセスに大きな影響を及ぼす。とくに、近年注目される電子ビームやレーザーを用いた金属粉末積層造形においては、これらの被膜層が最終造形物の強度やプロセスの再現性に多大な影響を及ぼすことが認識されつつあり、粉末管理及び表面改質技術の開拓が急務となっている。

しかし、その組成は母材金属の元素種や製造プロセスなどに依存した多種多様な化学状態が候補となるため、正確な分析が非常に難しい。現状で最も一般的な実験手法はX線光電子分光法であるが、本質的でない表面汚染に影響されうること、エッチングに伴う酸化数変化が懸念されることから、異なる分析手法の開拓は重要である。その中でもX線吸収微細構造(XAFS)分析は、

注目元素の電子状態だけでなく周辺環境も得ることが可能であるため、非常に効果的な分析手法となることが期待される。

そこで本研究では、金属粉末の表面に存在する軽元素化合物の分析手段を探るため、あいちシンクロtron光センター(あいちSR)の放射光源を利用し、チタン合金粉末のXAFS測定を実施した。

3 あいちシンクロtron光センターにおけるXAFS分析

3.1 あいちSR

あいちSRは愛知県瀬戸市に立地し、周長72m、電子エネルギー1.2GeVの蓄積リングを有している。国内に存在する放射光施設の中でも産業利用に力を入れていることが特徴であり、2019年度では利用者のうち6割程度が産業界ユーザーとなっている¹⁾。

3.2 XAFS分析

XAFS分析は、X線の吸収端近傍に現れる微細な構造から、任意の元素に関する電子状態や化学状態を抽出する実験手法である。高強度のX線が必要となるため、現状では放射光源を用いた測定が一般的である。産業利用の観点からは、測定可能な試料形態(固体か液体か、結晶か非晶質か、など)が幅広いこと、検出系が比較的単純なため、試料環境制御などの自由度が高いことなどの利点があり、広く活用されている手法である。

3.3 ビームライン等選定と試料準備

本研究では、TiAl及びTi-6Al-4Vの2種のチタン合金粉末を測定試料とした。目的とする元素によって必要なX線エネルギーが異なるため、O K-edge, Al K-edge, Ti L-edgeの測定を念頭に置き、ビームラインBL1N2を利用した軟X線領域のXAFS分析を行うこととした。検出法は全電子収量法(TEY)及び部分蛍光収量法(PFY)を併用した。チャージアップ防止のため、インジウムシートに貼り付けたものを測定試料とした。

4 実験結果

図1に、Ti L-edge付近のXAFSスペクトルを示す。TEYスペクトル(上段)に注目すると、Ti L-edge及びO K-edgeによるピークが明瞭に観測されており、表面酸化物層を反映したデータが得られていることがわかる。しかし、TiのEXAFS振動と思われるスペクトルのうねりとTi, O以外の微量元素の吸収が存在し、スペクトルの切り分けは困難となっている。PFYスペクトル(下段)については、蛍光取得帯域の設定が難しいこと、マシンタイムの都合上積算時間が取れなかったことから、S/Nが十分でないデータとなった。

図2は、Al K-edge付近のXAFSスペクトルである。TEY(上段)、PFY(下段)の両検出法にて、良好なスペクトルを取得することができた。両者ではAl濃度が異なるため、PFYでの自己吸収に注意する必要があるが、TiAlとTi-6Al-4Vのスペクトルを比較すると、EXAFS振動の強度及び位相の両者に違いが存在しており、化学状態の違いが示唆される。

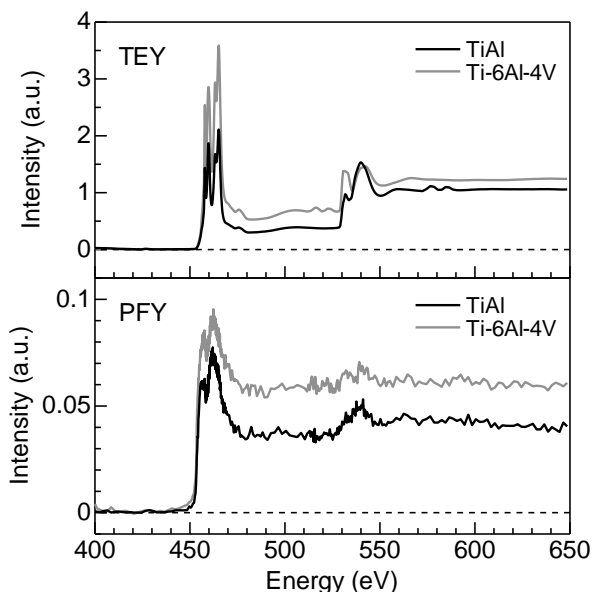


図1 Ti-Al及びTi-6Al-4V粉末のTi L-edge XAFSスペクトル

いが示唆される。また、それぞれの合金におけるTEYとPFYのスペクトル形状の違いから、ごく表層部と比較的内部的な情報を比較できる可能性がある。

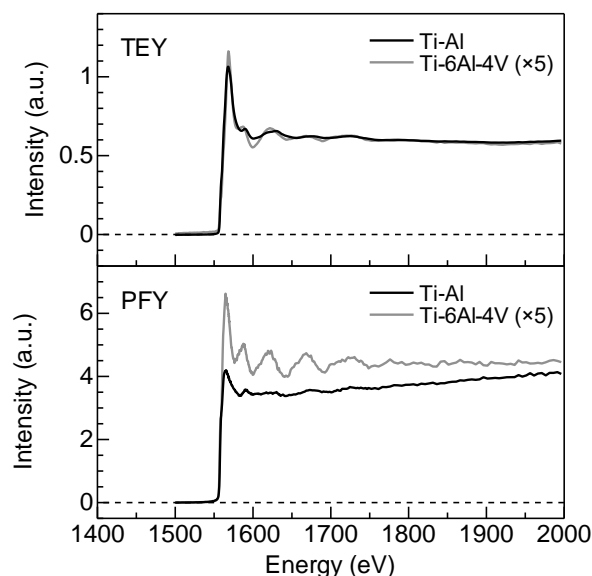


図2 Ti-Al及びTi-6Al-4V粉末のAl K-edge XAFSスペクトル

5 結言

金属粉末を対象として、あいちSRにおける軟X線XAFS分析を行い、表面に存在する軽元素化合物の分析に有効であることが示唆される結果を得た。今後、詳細な解析を実施するとともに、今後、異なる合金種や製法の粉末について分析を行っていきたい。

謝辞

本事業を進めるにあたり多大なご協力を頂きました、東北大学金属材料研究所 千葉晶彦教授、青柳健大助教、柳原圭司研究員、あいちシンクロトロン光センター 塚田千恵産業利用コーディネータ、あいち産業科学技術総合センター 杉山信之研究員に深く御礼申し上げます。

参考文献

- 1) 鈴木 宏正:“あいちシンクロトロン光センターの概要と産業利用”, 軽金属, Vol.70, No.10, pp.483-489, 2020.

【ノート】

【令和2年度 先端技術等調査研究事業】

分析支援業務のさらなる高度化

遠藤 崇正, 鈴木 鋭二

材料開発・分析技術部

近年、工業材料及び製品の性能が飛躍的に向上していく中で、材料の構造は微小化・複雑化していき、より高度な分析支援が求められている。そのため、現在当センターが所有している分析装置だけでは今後十分な分析支援ができない事例が増加していく可能性がある。例えば、環境負荷低減の観点から最近注目されているセルロースナノファイバー(CNF)の構造解析について、これまで十分な分析支援ができていなかった。そこで、東北大学ナノテク融合支援センター¹⁾が管理し、東北大学大学院理学研究科附属巨大分子解析研究センター²⁾が保有する最新の分析装置(固体NMR:JNM-ECA(日本電子(株)製)でCNFの構造解析を行い、県内企業に情報を提供することで、分析支援業務のさらなる高度化を目指した。

キーワード: 分析支援業務, セルロースナノファイバー(CNF), 固体NMR

1 緒言

CNFは木質パルプをナノレベルまでに微細化して得られる非常に細い繊維状物質である。低環境負荷でありながら軽量・高強度等の優れた特徴を有していることから、近年CNFを利用した複合材料研究が盛んに行われている。一方で、親水性材料であるCNFは樹脂やゴム等の材料と混合した際にCNFの凝集物が生成し、本来期待される補強効果を得られにくいことから、必要に応じて適切な化学変性処理を必要とする。しかし、当センターが所有するフーリエ変換赤外分光光度計(FT-IR)では疎水化した化学変性CNFの詳細な構造解析が困難であり、十分な分析支援ができていなかった。FT-IRを含め当センター所有の分析装置では化学変性CNFの構造解析を詳細に行うことが困難であるが、一般的な分析方法の一つとして、固体NMRによる詳細な構造解析が知られている³⁾。

そこで本事業では、外部機関の最新の分析装置を利用することによる分析支援業務のさらなる高度化を目指して、東北大学が所有する800MHz固体NMRを利用して化学変性CNFの構造解析を検討した。

2 測定方法

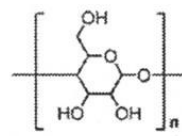
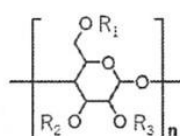
2.1 測定試料

測定した3試料(未変性CNF, 化学変性CNF, 変性処理剤)の化学構造式を表1に示す。

試料はそれぞれ約30mg程度用意し、測定の前に粉

末状でない試料については粉碎処理で粉末化し、専用の治具を用いて試料管に詰め、固体NMR測定を実施した。

表1 未変性CNF, 化学変性CNF, 変性処理剤の構造

未変性CNF	化学変性CNF	変性処理剤
		R-R' R:炭化水素系置換基 R':脱離基

2.2 測定装置

800MHz固体NMR JNM-ECA(日本電子製)(図1)を用いて¹H及び¹³C NMRを測定した。¹³C NMR測定はCP/MAS法により測定した。



図1 800MHz固体NMR JNM-ECA(日本電子(株)製)

3 測定結果と考察

参考文献

図2に未変性CNFの ^{13}C NMR測定結果を示す。 ^{13}C NMRによる構造解析の結果、未変性CNFの場合は55～110ppmにセルロースに該当するシグナルが観測された。一方で、化学変性CNFはセルロース由来の上記シグナルの他、CNFと変性処理剤との化学反応により形成された化学構造に由来するシグナルが観測された。このシグナルは変性処理剤のケミカルシフトと比較して有意に高磁場側にシフトしており、変性処理剤とCNFは物理吸着ではなく、化学結合によって化学変性していることを示している。当センターが所有するFT-IRではここまで詳細な構造解析をすることが困難であった。

- 1) 東北大学ナノテク融合支援センター 文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業
<http://cints-tohoku.jp/>
- 2) 東北大学大学院理学研究科附属巨大分子解析研究センター
<http://www.kiki.chem.tohoku.ac.jp/index.html>
- 3) 甲野 裕之:「セルロースナノファイバー表層への分子認識機能付与とその作用機序」, 科学研究費助成事業 研究報告書 2019年

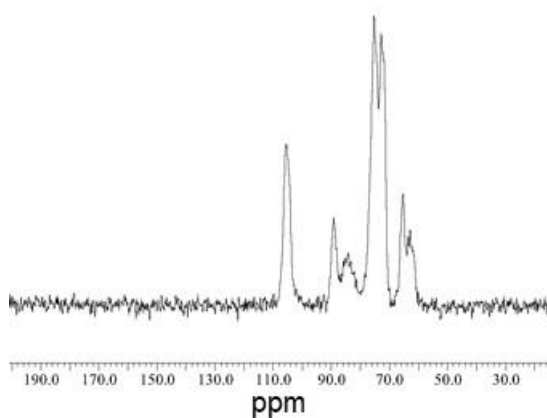


図2 未変性 CNF の ^{13}C NMR スペクトル

4 結言

東北大学が所有する最新の分析装置である 800MHz 固体 NMR を利用することで、化学変性 CNF の生成確認及び構造解析が可能であることを明らかにすることができた。当センターが所有していない分析装置について、東北大学などの外部機関の最新の分析装置を利用することで分析支援業務をさらに高度化できる可能性を見出した。

5 謝辞

本事業の一部は、文科省委託事業ナノテクノロジープラットフォーム課題として東北大学巨大分子解析センターの権限相准教授、吉田慎一郎研究員、佐藤和美研究員に測定及び解析における多大なご協力、ご支援を頂きました。この場をお借りして深く感謝申し上げます。(課題番号:S-20-TU-0001)

【ノート】

【令和2年度 先端技術等調査研究事業】

食品の香気分析・香り評価に関する技術調査

羽生 幸弘, 大坂 正明*, 浅野 壮宏

食品バイオ技術部

(*現 カゴメ(株)イノベーション本部農資源開発部)

当センターでは香りに関する技術支援にガスクロマトグラフ質量分析装置(GCMS), ヘッドスペースガスクロマトグラフ(HSGC)等のガスクロマトグラフを活用している。GCMSでは, 固相マイクロ抽出法(SPME法)を主に用いているが, 特性の異なるSPMEファイバーの香気成分吸着能を比較し, 分析目的ごとに適切なファイバーを選択するための知見を得た。HSGCにおいては多検体を迅速に分析したいというニーズに対して適切なカラム内径や長さを検討した結果, 炭化水素混合試薬(C6~C16)の分析時間を20分程度に短縮することができた。

キーワード: 香気分析, ガスクロマトグラフ, 固相マイクロ抽出法, ヘッドスペース法

1 緒言

食品の香りは嗜好性への関与が大きく, 食品そのものの質的価値に影響を与えることも多い。しかし食品の香りは数十から数千の多種多様な香気成分から成り立つといわれ, さらに構成する各成分はその構造によって香りの質や閾値が大きく異なり, 濃度によって感じ方が変化する成分も含まれる。そのため, 一つの食品でも香気成分の組成は複雑で, かつ, 微妙な香気成分の組成バランスの変化が食品全体の風味の変化に影響を与える¹⁾。

こうした香気成分の分析にはガスクロマトグラフが広く活用されており, 当センターでは食品の香気成分の分析にガスクロマトグラフ質量分析装置(GCMS), ヘッドスペースガスクロマトグラフ(HSGC), 香り評価装置といったガスクロマトグラフを用いている。

GCMSでの分析では, 試料導入法として固相マイクロ抽出法(SPME法)を主に用いており, 吸着剤の性質によってファイバーに複数の種類が存在することから, 目的とする成分に対し適切なファイバーを, 測定事例を参考にしながら選択している。しかし, 目的成分が不明な際, 網羅的に分析する必要があるが, その際に用いるファイバーの選択基準は定まっていなかった。

また, HSGCは最大90検体まで対応可能なオートサンプラーを有しているため多検体分析が可能であるが, 現状1サンプル当たりの分析時間が1時間程度と長く, 終了まで2~3日間程度を要している。そこで, 分離能を低下させずに分析時間を短縮することができれば, より

質の高いサービスの提供が可能となる。

そこで, 本調査では, SPMEファイバーの種類による香気成分の吸着能の違いを混合試料及び食品によってGCMSで確認し選択基準を定めた。さらにHSGCの分析時間短縮に向けた条件検討を実施した。

2 調査内容及び方法

2.1 ファイバー別の香気成分吸着能調査

1) 使用機器及び測定条件

ガスクロマトグラフ質量分析装置(GCMS-QP2010 Plus, (株)島津製作所)を用い, 表1に示す条件で測定を実施した。また, 測定に用いたファイバーは表2の通りで, 全てSUPELCO社製のものを用いた。

表1 GCMS測定条件

検出器: 質量分析装置
カラムオープン温度: 40°C-5°C/min-240°C
カラム: DB-WAX(id 0.32 mm×60 m, 0.50 μm)
注入口温度: 240°C
イオン源温度: 250°C
キャリアガス: ヘリウム

2) 香気成分混合試料を用いた分析結果の比較

香気成分としてアルコール11種類, ケトン4種類, アルデヒド6種類, エステル9種類, カルボン酸7種類(表3)

表2 用いた SPME ファイバーの材質・膜厚

色	材質	膜厚(μm)
灰	DVB/CAR/PDMS※1	50/30
黒	Carboxen/PDMS	75
青	PDMS/DVB	65
赤	PDMS	100
白	Polyacrylate	85

※1 DVB/CAR/PDMS:CAR/PDMS(内側)+DVB/PDMS(外側)

を含む飽和食塩水3mlを20mlバイアルに封入後、40℃でインキュベートし、そのヘッドスペース部分にSPMEファイバーを5分間曝露した。その後、GCMSに供して得られたクロマトグラムのトータルイオンカレント(TIC)強度を比較し、各成分の吸着しやすさを評価した。

3) セリを用いた分析結果の比較

今回、宮城県の特産品でかつ香りに特徴がある食品として、セリ(*Oenanthe javanica*)を用いた。セリは清爽な香りが特徴であり、宮城県の生産量は全国で第1位である²⁾。本調査ではセリの香気成分について、ファイバーの種類による香気成分の吸着しやすさ及び部位毎の香りの違いを評価した。

セリは葉と茎の部分に分け、それぞれ3g及び内部標準として3-ヘプタノール-ジクロロメタン溶液(27.3 μg/μl) 1 μlをバイアルに封入し、3-ヘプタノールを100ppmバイアルに封入し、40℃でインキュベート、そのヘッドスペース部分にSPMEファイバーを40分間曝露しGCMSに供した。使用したSPMEファイバーは表2のうち、赤色(ポリジメチルシロキサン(PDMS))、白色(Polyacrylate)、灰色(ジビニルベンゼン(DVB)/カルボキセン(CAR)/PDMS)の3種類とした。

2.2 HSGCの測定時間短縮に向けた検討

ヘッドスペースガスクロマトグラフ(Nexis GC2030/HS-20, (株)島津製作所)を用い、表4に示す条件で測定を実施した。なお、カラムについてはDB-WAX(内径(id) 0.25mm×30m, 0.25 μm)及びDB-WAX(id 0.10mm×10m, 0.10 μm)の2種類を用いた。

これらの長さの違う2種類のキャピラリーカラムを用いて、炭化水素C6からC16を含む混合液を測定し、保持時間の比較を行うとともに、各成分の分離状況を確認し、分析時間の短縮を試みた。

3 結果と考察

3.1 ファイバー別の香気成分吸着能調査

1) 香気成分混合試薬を用いた分析結果の比較

各ファイバーで香気成分混合試薬を測定した際のTICクロマトグラムを図1に示す。

これより、吸着量は灰色(DVB/CAR/PDMS) > 黒色(CAR/PDMS) > 青色(PDMS/DVB) > 白色(Polyacrylate) > 赤色(PDMS)となった。これより、香気成分分析を行うに当たり、網羅的成分分析には灰色ファイバー(DVB/CAR/PDMS)が適していると考えられた。

2) セリを用いた分析結果の比較

各ファイバーでセリの葉及び茎の香気成分を測定した際のTICクロマトグラムを図2に示す。

これより、葉及び茎において、灰色のファイバーを使用した際のピーク強度が最も高く、混合試薬を用いた試験と同様に灰色ファイバーで網羅的に香気成分を検出できると考えられた。

表3 香気成分混合物の内容

種類	化合物名
アルコール	ethanol, 1-propanol, 2-propanol, 1-butanol, 2-butanol, tert-butyl alcohol, iso-butyl alcohol, 3-pentanol, 2-pentanol, iso-pentyl alcohol, 1-hexanol
ケトン	acetone, 3-pentanone, 2-pentanone, 2-heptanone
アルデヒド	propanal, iso-butylaldehyde, butanal, 2-methyl butanal, iso-valeraldehyde, hexanal
エステル	ethyl acetate, propyl acetate, iso-butyl acetate, ethyl butyrate, butyl acetate, iso-pentyl acetate, ethyl hexanoate, hexyl acetate, pentyl valerate
カルボン酸	acetic acid, propionic acid, iso-butylic acid, butanoic acid, iso-valeric acid, valeric acid, hexanoic acid

表4 HSGC測定条件

検出器: 水素炎イオン検出器(FID)
カラムオープン温度: 40°C(5min)-10°C/min-240°C(5min)
トランスファーライン温度: 150°C
FID温度: 240°C
試料: Custom Alkanes Blend standard (Sigma Aldrich) 5 μ l/20mlバイアル
試料保温条件: 45°C, 10min
試料導入量: 1000 μ l
キャリアガス: 窒素(線速度一定, 9.5cm/sec)

また、葉と茎のTICクロマトグラムを比較すると、葉において検出されたピークの数が多いことから、部位により香りに含まれる成分が異なることが示唆された。

3.2 HSGCの分析時間短縮に向けた検討

10mカラムを使用して炭化水素混合試薬(C6~C16)の測定を行った際のクロマトグラムを図3に示す。一般的に広く用いられる30mカラムでは、5min~20min過ぎに検出され、10mカラムでは2.5min~17min過ぎに検出された。また、30mでは、10mカラムに比べ、各ピークにテーリングが見られたほか、高温域でのベースライン上昇も顕著であった。これらの結果から、10mカラムを用いることにより、同一条件でも分離能の向上が期待できることが示された。

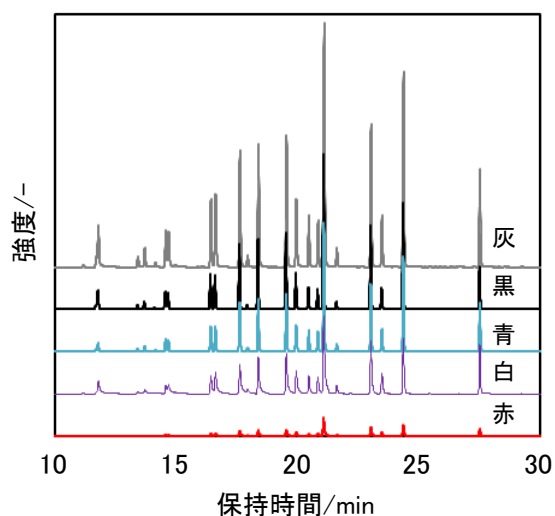


図1 混合試薬を用いたファイバー別の香り成分分析結果

©Agilent GC Method Translatorを用いてカラム間で同一クロマトグラムを再現する条件を試算したところ、30mカラムから10mカラムへの変換では計5.6minで分析が完了することが示唆され、10mカラムから30mカラムへの変換では分析時間が184minとなることが示唆された。

ガスクロマトグラフにおいては、一般にカラム長が短い方が分析時間は短くなるが分離能が低下し、内径が小さいカラムは単位長あたりの理論段数が高いことから分離能が上がる³⁾。

以上のことから、カラムの内径及び長さを適切に選択することで、より短い時間で各炭化水素を分離でき、多検体分析時の所要時間の短縮と分離能及びピーク形状の改善が可能となることがわかった。

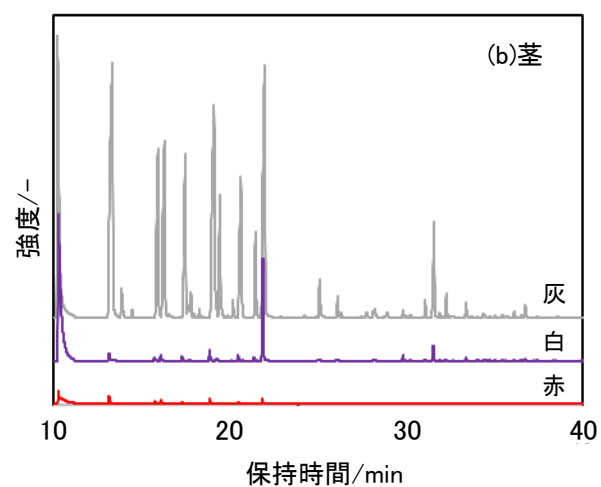
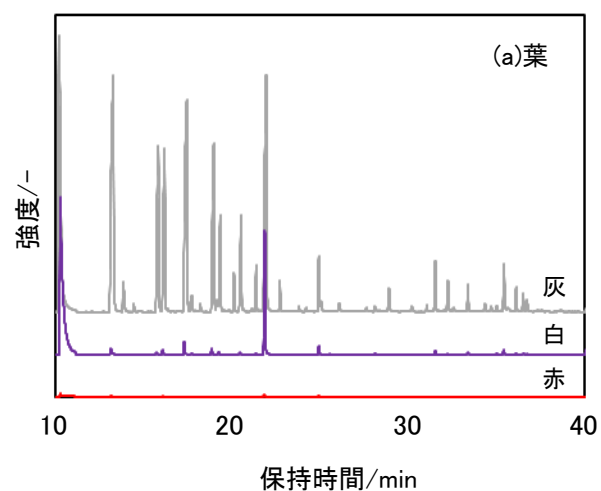


図2 セリの部位及びファイバーの種類別の香り成分分析結果 (a)葉, (b)茎

4 まとめ

本調査において、以下のことが明らかになった。

- 1) SPMEファイバー別の香気成分吸着能調査
 - ・アルコール類, アルデヒド類, エステル類, エーテル類の混合試薬を用いた評価において、灰色ファイバー(DVB/CAR/PDMS)では他のファイバーに比べ全ての化合物の吸着量が多く、網羅的な香気成分分析に適していると考えられた。
 - ・宮城県の特産物のセリを同様に評価した結果、混合試薬と同様に灰色ファイバー(DVB/CAR/PDMS)で化合物の吸着量が多いことがわかった。また、葉で検出されたピーク数は茎よりも多く、部位によって香りに含まれる成分が異なることが示唆された。
- 2) HSGCの分析時間短縮に向けた検討
 - 適切なカラム内径や長さを検討した結果、長さの短く、内径の小さいカラムを用いることにより、分析時間の短縮と分離能及びピーク形状の改善が可能であることが示された。

参考文献, 引用URL

- 1) 飯島 陽子, 日本調理科学会誌, 2018, 51(4), p.197-204.
- 2) 農水省 地域特産野菜生産状況調査
https://www.maff.go.jp/j/tokei/kouhyou/tokusan_yasai/index.html
- 3) ジーエルサイエンス(株). “ガスクロマトグラフィー(GC)の基礎”.
https://www.gls.co.jp/technique/technique_data/gc/basics_of_gc/p2_2.html

宮城県産業技術総合センター研究報告

ISSN 1349-1741

令和2年度 No.18

2021年8月発行(年1回発行)

発行

宮城県

(産業技術総合センター)

〒981-3206

宮城県仙台市泉区明通二丁目2番地

TEL 022 - 377 - 8700

FAX 022 - 377 - 8712

URL <https://www.mit.pref.miyagi.jp/>
