

令和3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.19

2022年8月発行

宮城県

MIYAGI Prefectural Government

目次

【研究論文】

1	プリンテッドデバイス作製技術研究	1
	小松 迅人, 天本 義己, 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	7
	曾根 宏, 浦 啓祐, 遠藤 崇正, 伊藤 桂介	
3	次世代耐熱・耐摩耗被膜の開発	11
	大山 礼, 阿部 一彦, 宮本 達也, 水上 浩一, 鈴木 鋭二	
4	熱可塑性プラスチック再資源化技術高度化事業	15
	今野 奈穂, 浦 啓祐, 佐藤 勲征	
5	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 —	21
	小山 誠司, 佐藤 信行, 大坂 正明, 畑中 咲子	
6	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 —	25
	羽生 幸弘, 浅野 壮宏, 畑中 咲子	
7	宮城マイ酵母保存株の特性評価	
	— 清酒製造技術の高度化 —	35
	吉村 緑, 奥原 秀樹, 橋本 建哉	
8	酒米新品種「吟のいろは」(系統名:東北酒 218 号)の普及と県内産酒造用原料米の品質調査	
	— 清酒製造技術の高度化 —	41
	稲生 栄子, 瀬尾 直美, 有住 和彦, 石川 潤一, 吉村 緑, 橋本 建哉	
9	新たな宮城県産酵母の育種	
	— 清酒製造技術の高度化 —	49
	石川 潤一, 吉村 緑, 瀬尾 直美, 稲生 栄子, 有住 和彦	

【短報】

1 デジタルファブリケーションによる地域商品開発	55
益田 佳奈, 篠塚 慶介, 伊藤 利憲	
2 多相流シミュレーション技術の高度化研究	59
吉川 穰, 内海 宏和, 齋藤 佳史, 家口 心	
3 環境発電, 多点センシング, ビッグデータ処理を活用した県内産業の高度化	65
小野 仁, 中居 倫夫, 今井 和彦, 太田 晋一, 荒木 武, 高野 寛己, 林 正博	
4 機械学習を用いた時系列データ解析	71
岩沢 正樹, 阿部 宏之	
5 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(2) — 素材先端技術活用推進事業 —	77
今野 奈穂, 四戸 大希, 佐藤 勲征	
6 次世代素材活用推進事業	83
佐藤 勲征, 遠藤 崇正, 今野 奈穂, 四戸 大希, 推野 敦子	
7 みやぎアップグレードリサイクル推進事業	87
佐久間 華織, 推野 敦子, 佐藤 勲征	

【ノート】

1	ビジネスモデルキャンパスなどを活用した企業分析の可能性調査	91
	樋口 敦, 伊藤 伸広, 岩沢 正樹	
2	最適化設計の活用可能性調査	93
	内海 宏和, 家口 心, 齋藤 佳史, 吉川 穰	
3	EMC 総合試験棟垂直立ち上げに関わる調査	95
	坂下 雅幸, 佐藤 裕高	
4	小角 X 線散乱(SAXS)による構造解析に関する技術調査	99
	遠藤 崇正, 伊藤 桂介	
5	X 線分析機器の食品分野への応用に関する調査	103
	浅野 壮宏, 高山 詩織, 水上 浩一, 羽生 幸弘, 小山 誠司, 畑中 咲子	
6	無線湿度測定システムを用いた恒温恒湿槽の湿度性能の評価	109
	林 正博, 小野 仁, 阿部 宏之	
7	防災重点ため池の地震加速度の監視, 及びそのための簡易自立電源の開発	115
	小野 仁, 小泉 慶雄, 遠藤 武聡	

【研究論文】

【令和2年度～令和3年度 県単研究】

プリンテッドデバイス作製技術研究

小松 迅人, 天本 義己, 高田 健一
機械電子情報技術部

プリンテッド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、フォトリソグラフィを用いた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テッド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¹⁾。一方、プリンテッド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く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の構築、そして版の線幅寸法と印刷物の線幅寸法の誤差を低減する適切な印刷ロールの押込み量の把握を行い、その結果として線幅が徐々に変化する回路の作製が出来たことを報告する。また、この研究を実施することで、版の作製から印刷までの一貫した作製の流れやプリンテッドデバイスの試作体験作を通して、地域企業がプリンテッドエレクトロニクス分野を検討し、展開するための情報を提供できる素地を作ることができた。

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、プリンテッドエレクトロニクスは、機能性インクやプリンテッド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。

プリンテッド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との比較では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²⁾が用いられているが、IoTセンサー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試作開発することで地域中小企業が活用する上での課題等を抽出しつつ、版作製から印刷までの一連の工程を構築し、プリンテッドエレクトロニクス分野の検討および展開に資する情報を提供できる素地を作

2 実験方法

2.1 簡易印刷版の作製方法について

印刷版の基材は、感光性樹脂、アルミやガラスなどを用いる例が多い。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時間がかかるため、比較的早く形成できる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: Layout Editor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 現像およびポストベーク
- ⑤ エッチング: Deep-RIEによる深掘りエッチング³⁾
- 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

プリントドエレクトロニクスを適用する回路の一例として、透明の基材等を使用して光の透過性を高めるアプリケーションでは、その視認性の要求からミクロンレベルの微細な線幅が求められている⁴⁾。

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)を用いて転写スピードによる精度の検証を行った。

反転オフセット印刷法の工程を図2に示す⁵⁾。



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

10mm角の範囲に5 μ mのラインアンドスペースの直線状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(図3)を試作した。ここでは、①から⑥までの工程を通して1時間程度で簡易版が作製できた。

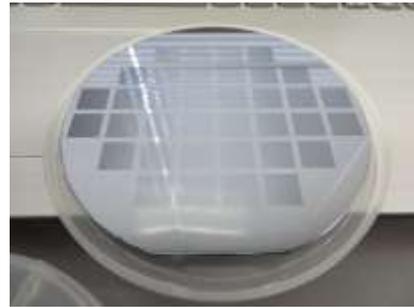


図3 シリコンウエハ上に配置されたパターン

3.2 dxf形式データサンプル回路パターンの編集

次の検討では、企業からdxf形式のサンプル回路パターンデータを提供いただき反転オフセット印刷用の版を作製した。dxfデータを、LayoutEditorで開くとデータ変換の問題から曲線部で欠損や破線する例が見られた(図4)。マスクレスアライナー用に各オブジェクトが閉じたポリゴン形式のGDS IIデータにする必要があるため、破線化した部分(図4)を中心に修正および再設計を行った。修正後の回路パターンの全体像を図5に示す。

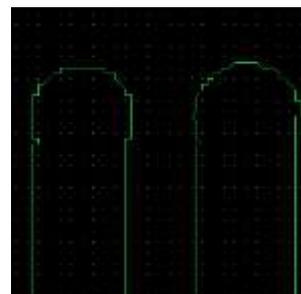


図4 細線パターンが破線した一例

3.3 サンプル回路パターンの版作製について

修正および再設計しポリゴン化したマスクレスアライナー描画用のデータは、4インチウエハに4個の配置が出来るように並べて作成し、フォトレジストを塗布したシリコンウエハにマスクレスアライナーを用いて描画を行っ

た。図6にRIEエッチング処理を行ったシリコンウエハの写真を示す。

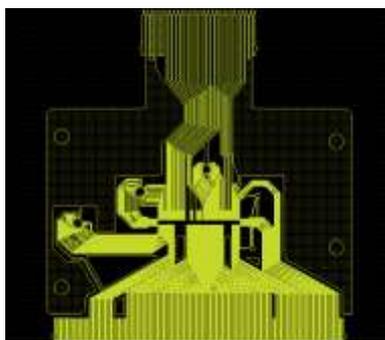


図 5 編集後のサンプル回路パターン



図 6 エッチングしたシリコンウエハ

ここでは、 $5\mu\text{m}$ で設計した線幅部は、エッチングしたシリコンウエハの同じ線幅部を共焦点顕微鏡で計測した結果 $4.81\mu\text{m}$ (4箇所計測の平均)であった。

3.4 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把握

反転オフセット印刷機には、インク塗布速度、インクなじみ時間、印刷ロールの回転速度、印刷ロールの水平方向移動速度、印刷ロールの押込み量のようなパラメータがある³⁾。転写速度と押込み量の変更に絞る転写状態の傾向を把握した。

Agナノインクはフューチャーインク社製の(F-nano R0100GE)を用いた。転写パターンは、基本パターンとして作製した $10\mu\text{m}$ 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ものと推測する。

一方、転写速度が 14mm/s の場合は形状が剥離無く転写されていた。以上の結果から転写速度が遅いとイ

ンクの乾燥のためブランケット側から基材に印刷が適切に出来ない傾向が見られた。

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	

3.5 反転オフセット印刷機の押込み量が転写状態へ与える影響

半乾燥状態のインクが適切に基材に付着させるためには、適切な押込み量が必要であると考えます。

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)。

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(μm)	印刷されたサンプル
0(基準)	
-10	

基準とした押込み量より $10\mu\text{m}$ 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出来た。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⁶⁾。

3.6 サンプル回路パターンの版の押込み量と印刷精度の傾向

印刷ロールのZ位置が $-10\mu\text{m}$ の違いで印刷の精度が変わるため、押込み量と印刷された $5\mu\text{m}$ の線幅部で変化の傾向を見た。ワークが変化すると3.5で論じた押込み量は使用できなかった。

ワーク接触位置から150 μm の押込み量では形状が潰れてしまい、10 μm ではインクの付着が所々であったため、形状の転写が出来ている25 μm 、50 μm 、100 μm の押込み量に絞り検討することにした。

ワーク接触位置から25 μm 、50 μm 、100 μm とインクが塗布されたブランケットが設置してある印刷ロールをシリコンウエハおよびガラス基材に押し込んだ際に、ガラス基材に印刷された線幅は50 μm の押込み量の時に精度良く印刷が行われていた。

図7のグラフは、シリコンウエハの4.81 μm (4箇所計測の平均)線幅部と印刷された線幅部を共焦点顕微鏡で測定し、押込み量と版の線幅と印刷線幅との差を4箇所計測し平均しグラフにしたものである。

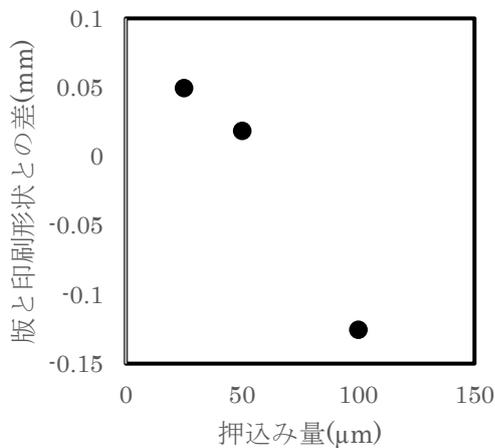


図7 印刷精度と押込み量の関係

3.7 サンプル回路パターン印刷

印刷精度と押込み量の関係から、版の線幅と印刷された線幅が近い値を示している押込み量でサンプルの印刷を転写速度 7mm/s で行った。

サンプル回路パターンで線幅が徐々に変化する部分および曲線部の印刷が精度良く印刷されていることが見られた(図8, 図9)。

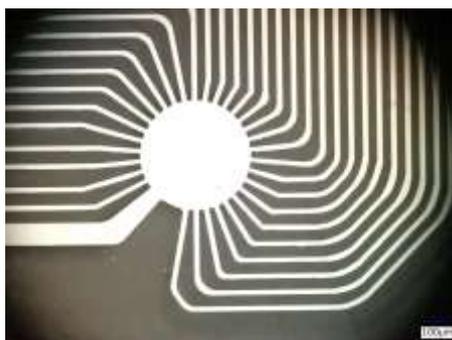


図8 サンプル回路のパターン1



図9 サンプル回路のパターン2

3.8 考察

今回の実験では、押込み量の調整により小面積では印刷の精度の向上が見られた。大面積では、押込み量のアプローチだけでは印刷精度の向上は難しいと推測され、ワーク接触位置の制御を正確に調整できる機構の検討が必要になると考えられる。

4 結言

本研究により簡易印刷版をシリコンウエハで作製するプロセスの開発と反転オフセット印刷機の転写精度の向上に関する条件調整により線幅が徐々に変化する回路の作製が出来た。

簡易印刷版の作製手法の確立には、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を使用し、印刷条件検討には、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およびAgナノインク(株式会社フューチャーインク社製)を使用し、下記の流れで、簡易印刷版の作製手法の確立および印刷条件検討実験を行った。版の作製から印刷までの一貫した流れの構築および版の線幅寸法と印刷物の線幅寸法の誤差を低減する適切な印刷ロールの押込み量の把握を行い線幅が徐々に変化する回路の作成が可能となった。

- (1) 簡易印刷版の作製プロセス開発
- (2) 高精度反転オフセット印刷機の操作方法確認
- (3) 転写スピードおよび押込み量による転写状態の傾向把握
- (4) 押込み量と印刷精度の関係把握
- (5) 回路データサンプルの印刷結果の確認

電子デバイス用の回路作製について印刷手法を通して簡易版の作製から印刷までの確認ができた。印刷手

法に適したデバイス作製が一般的になっていく可能性を秘めていることが予想できた。

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および竹田泰典助教、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および中尾正史講師には多大なるご協力を頂きました。また、株式会社丸和製作所の住吉幸雄常務取締役には、サンプルデータの提供をいただきました。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>
- 4) 牛島 洋史, 日下 靖之, 野村 健一, 藤田 真理子, 後藤 理恵, 山本 典孝, 安部 浩司: プリンテッドエレクトロニクスのための高精度印刷.第25回マイクロエレクトロニクスシンポジウム p. 193-196
- 5) Kenjiro Fukuda, Yudai Yoshimura, Tomoko Okamoto, Ysunori Takeda , Daisuke Kumaki , Yoshinori Katayama and Shizuo Tokito : Reserve-Offset Printing Optimized for Scalable Organic Thin-Film Transistor with Submicrometer Channel Length Advance Electronic Materials,1,201400145(2015)
- 6) Yasuyuki Kusaka , Ken-ichi Nomura , Nobuko Fukuda and Hirobumi Ushijima : Microcontact Patterning of Conductive Silver Lines by Contact Inking and its Layer-Transfer Mechanisms. J.Micromech.Microeng.25(2015) 055022(9pp)

【研究論文】

【令和2年度～令和3年度 県単独試験研究】

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^{*1}, 遠藤 崇正, 伊藤 桂介

材料開発・分析技術部

(*1現 自動車産業振興室)

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。

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影響を与える焼結条件に関する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 대응するため、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に加え、その情報を生かした工程改善を目的とする。

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、加圧力と加熱のタイミングに関する情報を得て、透光性を向上させることを目的とした。

2 実験方法

2.1 プレス加工製品

サンプルとして加工時にある特定の位置にバリが生じる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剪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等方性黒鉛(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。焼結時間は全サンプル同条件で焼結温度、加圧力、加圧タイミングをパラメーターとして焼結した。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 表面観察

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。

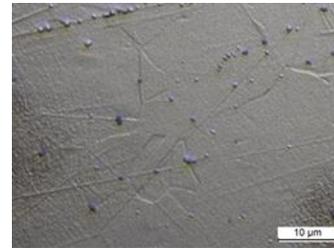


図2 エッチング後サンプル

SUS304製プレス加工製品の正常品とエラー品では表面組織に違いが見られず、不具合の原因は素材由来ではないことが推測された。

3.2 プレス加工製品 結晶方位

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。

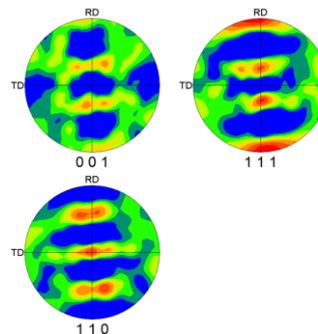


図3 極点図

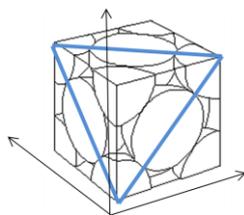


図4 {111}配向面

SUS304製プレス加工製品の正常品とエラー品では結晶方位に違いが見られず、不具合の原因は素材の圧延加工由来ではないことが推測された。

3.3 プレス加工製品 剪断面観察

図5にエラー品 加工時の流れ方向・その反対側断面の二次電子像を示す。

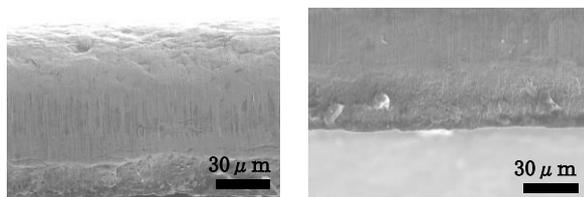


図5 二次電子像 右:流れ方向断面
左:反対側断面

流れ方向断面のみに破断面があり、バリの発生位置の一致することから製品の不具合の原因であることが推測された。流れ方向面の金型のクリアランスを小さくし、送り速度を小さくすることで、不具合が解消された。

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。パルス通電焼結装置の場合、昇温前に所定の全荷重を付加し、焼結中これを維持するプロセスが広く用いられる⁹⁾。そのプロセスで低圧を付加したものが「加圧力 低圧」、高圧を付加したものが「加圧力 高圧」、焼結が始まる温度より高く黒鉛の移動速度距離¹⁰⁾が全焼結時間中で1mm以下になる温度で全加重を付加するプロセスが「加圧力タイミング 低圧」である。「加圧力 低圧」と「加圧力タイミング 低圧」の加圧力は同じである。「加圧力タイミング 低圧」のCe:GAGG(REE exc Ce 5%)は直線透光性があることから、加圧温度も透光性に影響することが分かった。加圧温度を変化させることで透光性が向上すること^{11) 12) 13) 14) 15)}、メカニズムとして、閉気孔が小さくなり、数も減ることが報告されている⁹⁾が、本実験で用

いたサンプルでは日立ハイテク製SU5000を用いて走査二次電子像で組織を観察したところ違いは見られなかった。可視光の吸収に関わる電子構造も影響していることが予想される。



図6 Ce:GAGG(REE exc Ce 5%)セラミックス

左:加圧力 低圧

中:加圧力 高圧

右:加圧力タイミング 低圧

4 結言

SUS304プレス加工製品の解析とその情報から工程改善を行った。セラミックスシンチレータの焼結条件の探索を行った。その結果、以下の知見が得られた。

- (1) SUS304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) SUS304プレス加工製品のエッチング処理からの表面観察、配向特性の解析から、素材の圧延板の品質は安定しており、不具合の原因である可能性が低いことが分かった。
- (3) SUS304プレス加工製品の剪断面観察から加工時の破断が不具合の原因である可能性が高いことが分かった。
- (4) SUS304プレス加工製品の加工時に破断が発生しないよう、金型のクリアランスを調整したことで、不具合が解消した。
- (5) Ce:GAGG(REE exc Ce 5%)セラミックスの直線透光性を出す条件として加圧力、加重付加温度が影響することが分かった。
- (6) Ce:GAGG(REE exc Ce 5%)セラミックスの焼結条件を変えたサンプルで、組織の違いが見られなかったため、不純物の吸収、空隙の散乱の他に可視光の吸収に関わる電子構造が影響していることが予測された。

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) A. Ikesue: The Review of Laser Engineering 47(2019)421
- 6) S. Kurosawa: 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
- 9) 森田孝治 放電プラズマ焼結 (SPS) 装置を用いた透光性セラミックスの創製 MTERE2 53(2014) 3-11
- 10) 山内 繁, 佐々 正 炭素の化学的性質 炭素 1971年 67号 p140-147
- 11) L. An, A. Ito and T. Goto: J. Am. Ceram. Soc., 94(2011), 695-698
- 12) L. An, A. Ito and T. Goto: J. Eur. Ceram. Soc., 31(2011), 1597-1302.
- 13) R. Chaim, Z. Shen and M. Nygren: J. Mater. Res., 19(2004), 2527-2531.
- 14) C. Wang and Z. Zhao: Scripta Mater., 61(2009), 193-196.
- 15) S. Grasso, C. Hu, G. Maizza, B. -N. Kim and Y. Sakka: J. Am. Ceram. Soc., 94(2010), 1405-1409.

次世代耐熱・耐摩耗被膜の開発

大山 礼^{*1}, 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

(*1現 新産業振興課)

近年、自動車用材料における高張力鋼板の使用率が上昇しており、その強度も改良されているが、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、東北大学の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が、耐酸化性が低いことが実用化への課題となっている。そこで、本研究では、MoSiBTiC合金の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を検証するため、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の評価を行った。

キーワード：金型、プレス、ホットスタンプ、MoSiBTiC、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⁽¹⁾。また、鉄鋼技術開発の進歩によりその強度は1000MPa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900℃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では1500MPa以上の強度を有する高張力鋼板が開発されている⁽²⁾。ホットスタンプ用金型では900℃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。本合金はMoSiTiC(モシブチック)と命名され、実用温度1400℃以上の耐熱合金として開発中であるが、800℃付近の耐酸化性に課題がある。

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のコーティング素材への適用を評価し、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。

2.1 耐酸化性及び高温圧縮強度の比較

Mo合金の中温域(400～600℃)劣化の対策として、SiO₂による耐酸化性皮膜形成を目的としたSi添加が挙げられる⁽³⁾。そこで、新合金としてSiを増量するとともに、Mo₃Siによる脆化を防ぐため、Ti量を増加し、49Mo-28Ti-15Si-5B-3C(at%)という合金を作った。これを【28Ti】とする。さらに、耐酸化性を高めることを目的として、Crを添加し、42Mo-28Ti-15Si-5B-3C-7Cr【28Ti-7Cr】、及びTiの添加量を増やした40Mo-30Ti-15Si-5B-3C-7Cr【30Ti-7Cr】の2つの組成を作製し、耐酸化性の比較を行った。表1に合金継承と組成を示す。

表1 合金継承と組成

名称	合金組成 (at%)
従来	65Mo-5Si-10B-10Ti-10C
28Ti	49Mo-28Ti-15Si-5B-3C
28Ti-7Cr	42Mo-28Ti-15Si-5B-3C-7Cr
30Ti-7Cr	40Mo-30Ti-15Si-5B-3C-7Cr

耐酸化性の試験は、マクロ熱重量測定装置(島津製作所製 TGA-50)を用い、800°C24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を実施した。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(インストロン・ジャパン製 8802型)で評価した。真空雰囲気において温度1400°C, ひずみ速度10⁻⁴で実施した。試験片は幅2mm×奥行2mm×高さ4mmである。

2.2 粉末焼結体とアーク溶解剤の比較

先に記載した手順で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。

さらに、作製した粉末を放電プラズマ焼結機(住友石炭鉱業製 Dr.Sinter SPS-7.40)にて焼結し、2.1と同等の条件で、インストロンで焼結体とアーク溶解材との高温圧縮強度の違いを評価した。

2.3 アルミ溶湯との反応試験

アルミダイカストマシンへの適用を検討するため、アルミ溶湯中との反応を評価した。用いた溶湯はADC12(Si量12wt%)とAC7A(Mg量4.5wt%)である。24時間及び96時間、溶湯に浸漬した後、試料をダイヤモンド砥石で切断し、断面をイオン研磨装置(日立ハイテック製 IM4000PLUS)で研磨し、走査型電子顕微鏡(日立ハイテック製 SU-5000)を用いて、MoSiBTiC表面に生成した化合物の観察を行った。

3 実験結果及び考察

28Ti-7Cr, 30Ti-7Crの組織を図1に示す。柱状のMo₅SiB₂が、30Ti-7Crでは細かくなっており、分解しつつある状態が確認出来る。

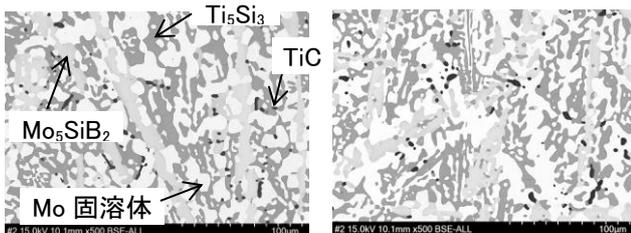


図1 アーク溶解後のMoSiBTiC合金組織
(左)28Ti-7Cr (右)30Ti-7Cr

3.1 耐酸化性について

耐酸化試験の結果を図2に示す。従来のMoSiBiCでは急激な重量減少がみられたが、28Ti-7Crおよび30Ti-7Crでは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。

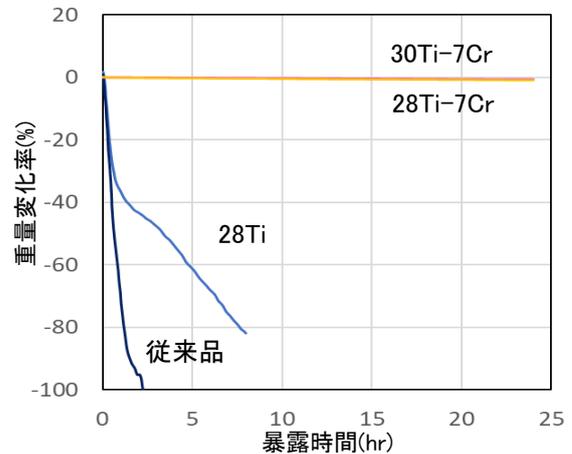


図2 800°Cにおける各MoSiBTiC合金の重量変化

さらに、28Ti-7Crと30Ti-7Crについて詳細を確認すると、僅かに30Ti-7Crが28Ti-7Crより重量減少率が低いことが分かった。

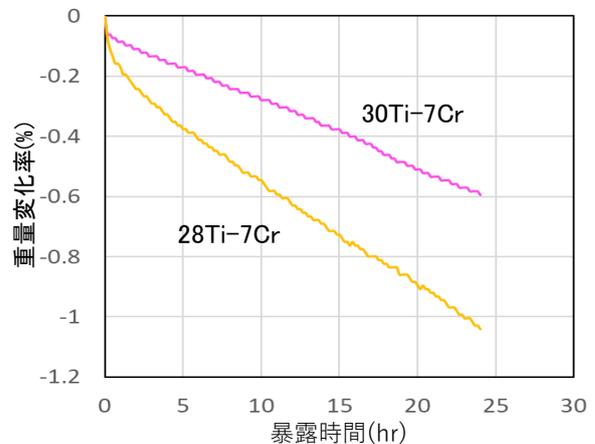


図3 800°Cにおける28Ti-7Crと30Ti-7Crの重量変化比較

さらに、高温圧縮強度の結果を比較した結果を図4に示す。Cr添加による融点低下にもかかわらず28Ti-7Crは圧縮強度が従来品と同等であることが確認出来る。

一方で、Mo合金の強度に貢献しているMo₅SiB₂が若干減少している30Ti-7Crは、28Ti-7Crにより圧縮強度が低いことが分かる。

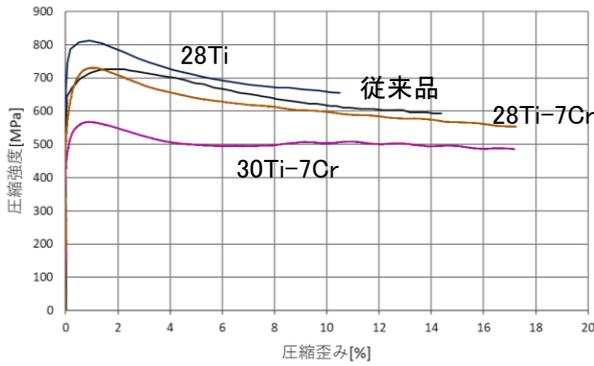


図4 800°Cにおける各MoSiBTiC合金の圧縮強度

3.2 粉末焼結体とアーク溶解材の比較

作製した粉末を放電プラズマ焼結機にて焼結し、焼結体とアーク溶解材の材料特性を評価した。その組織を図5, 6に示す。また、焼結体における各相の割合を表2に示す。

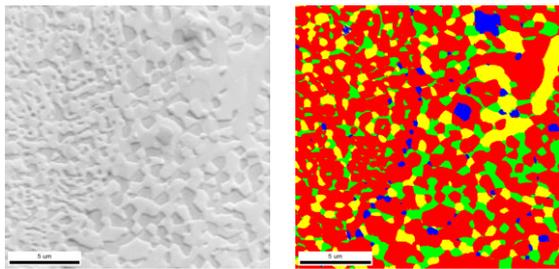


図5 1480°C焼結体の組織写真
(左) 二次電子像 (右) 相マップ

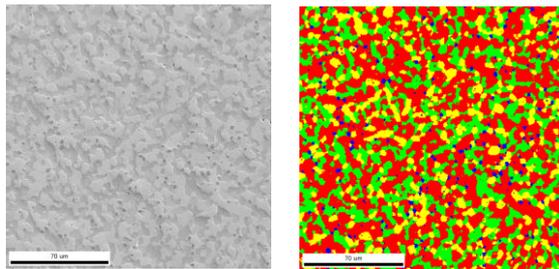


図6 1550°C焼結体の組織写真
(左) 二次電子像 (右) 相マップ

表2 MoSiBTiC焼結体における各相の割合

焼結温度(°C)	Mo	Ti ₅ Si ₃	Mo ₅ SiB ₂	TiC
1480	65	16	16	3
1550	51	30	17	2

(単位: Volume%)

粉末焼結体とアーク溶解材の高温圧縮強度を図7に

示す。溶解材では従来の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。

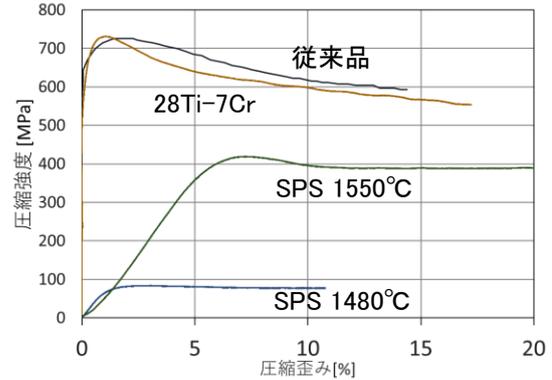


図7 粉末焼結体とアーク溶解材の高温圧縮強度

また、シェブロンノッチ法による破壊靱性値測定結果を表3に示す。ここでも焼結体の破壊靱性値が、従来のMoSiBTiCの半分となっている。

表3 破壊靱性試験結果

材質	K _Q [MPa(m) ^{1/2}]
28Ti-7Cr (1460°C焼結)	6.8
28Ti-7Cr (1550°C焼結)	7.2
従来品	15.2

3.3 アルミ溶湯との反応について

ADC12溶湯660°Cに従来MoSiBTiCを96時間浸漬したところ、表面にAlとSiの拡散が確認された(図8)。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、拡散層にクラックが発生している。

AC7A溶湯700°Cに、28Ti-7Crを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(図9)。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。それに対し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。

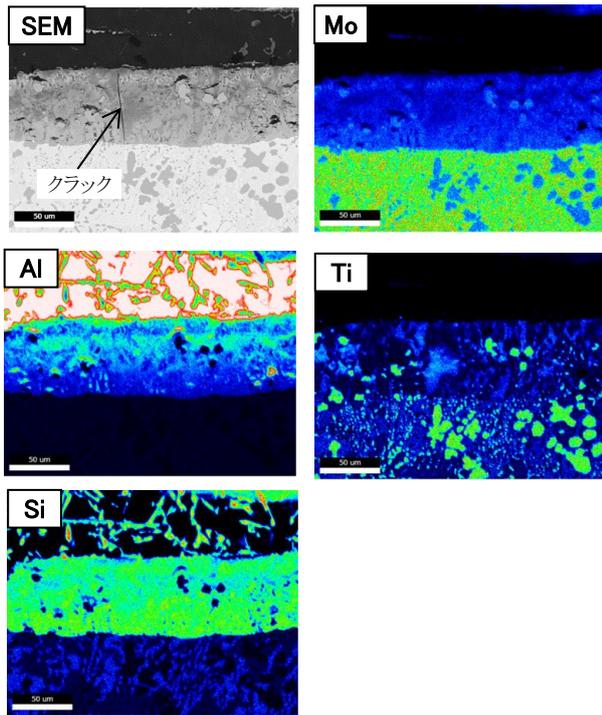


図8 AD12溶湯浸漬後におけるMoSiBTiC表面の元素分布

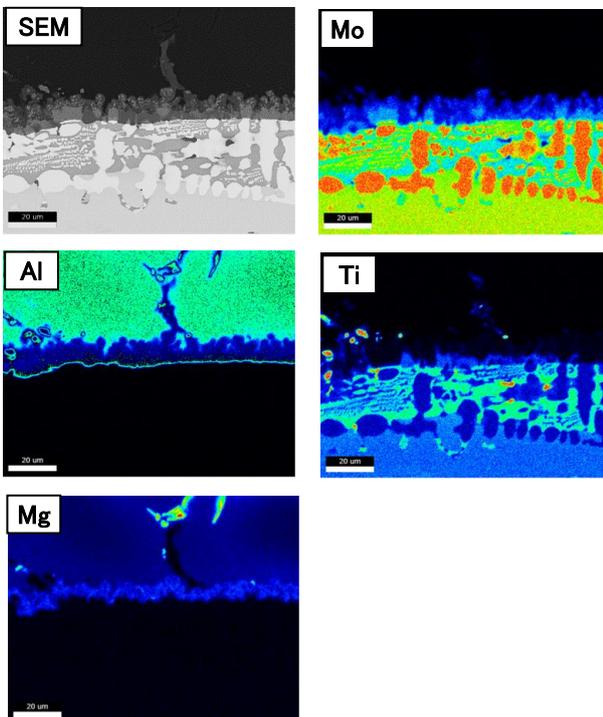


図9 AC7A溶湯浸漬後におけるMoSiBTiC表面の元素分布

4 結言

アーク溶解と粉末冶金で作製したMoSiBTiCの耐酸化性の改善および強度について評価すると共に、アルミダイカストへの適用を目指し、アルミ溶湯との反応性の評価を実施した。その結果、以下の知見が得られた。

- 1) 従来のMoSiBTiCに対してSi, Tiを増量すると共にCrを添加することにより、800℃付近での耐酸化性が著しく向上した。
- 2) 耐酸化性向上MoSiBTiCの高温圧縮強度の評価を行ったところ、溶解材であれば従来合金と同等の強度を得られることが分かった。一方で焼結材では強度、破壊靱性とも従来合金より低下した。
- 3) アルミ溶湯とのMoSiBTiCの反応性評価を行ったところ、ADC12溶湯に浸漬すると、SiがMoSiBTiCに拡散、クラック発生した。一方で、Siを含まないAC7Aでは拡散がほぼ見られなかった。

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) 小宮幸久, 自動車用鉄鋼材料の現状と動向, 神戸製鋼技報,52-3(2002) p.1-5
- 2) 齋藤和也, 自動車用ハイテン材の現状, までりあ,53(2014) p.584-588
- 3) 吉見享祐, Mo-Si基金属間化合物からMoSiBTiC合金への展開, までりあ,58(2019) p.363-370

【研究論文】

【令和3年度 産業廃棄物税活用事業】

熱可塑性プラスチック再資源化技術高度化事業

今野 奈穂, 浦 啓祐, 佐藤 勲征

(Nao Konno, Keisuke Ura*1, Noriyuki Sato)

材料分析・開発技術部

(*1現 自動車産業振興室)

熱可塑性プラスチックのリサイクル率向上のため、県内工場等の排出実態及びマテリアルリサイクルにおける技術的課題等の調査並びにプラスチック再生材の劣化度評価に係る研究を行った。

県内のプラスチック成形加工工場等の熱可塑性プラスチック廃棄物の排出実態及びマテリアルリサイクルにおける技術的課題等を調査した結果、プラスチック再生材の性状及び劣化度に応じた効果的かつ効率的な成形加工条件の選定方法の確立が生産現場における主な技術課題の一つであると考えられた。そのため、プラスチック再生材の性状及び劣化度の適切な評価技術の確立に向けて、汎用熱可塑性プラスチックであるポリスチレン樹脂を対象に、熱劣化度の異なる模擬的な再生プラスチック試料を作製して各種評価を行い、プラスチックの再生による物理的・化学的特性の変化及び劣化度評価に係る基礎的データ及び知見を得た。

キーワード: マテリアルリサイクル, プレコンシューマーリサイクル, ポリスチレン, 熱劣化, 動的粘弾性

1 緒言

持続可能な開発目標、とりわけ喫緊の課題である地球温暖化対策としての二酸化炭素排出量削減が求められている。また、コロナ禍等による急激な社会経済悪化等を背景として、各種プラスチック材料及び再生プラスチック成形材料の価格が上昇している。主なプラスチックの企業物価指数¹⁾を図1に示す。

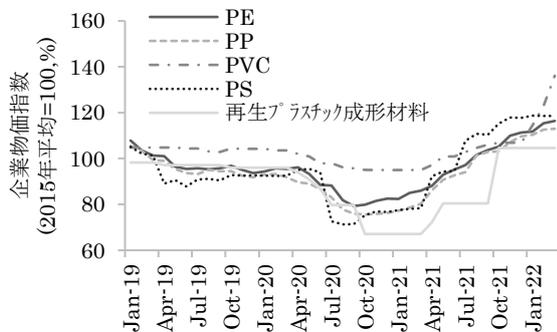


図1 主なプラスチック類の企業物価指数

このような社会的背景により、プラスチック成形加工現場では、成形加工工程で排出されたスプルー、ランナーなどの一度熱負荷がかかった再生材を利用した工

場内マテリアルリサイクルのニーズが一層高まっている。

しかし、再生材はVirgin材とは異なる性状を示すことが知られており²⁾、成形品の品質確保のためには、再生材の特性を適切に理解・把握した上で、再生材の混合割合や使用回数を決定し、その性状にあった成形条件の最適化を行うことが必要となる。

そこで、筆者らは県内の熱可塑性プラスチックのリサイクル率向上に向けた技術調査を行ったので、その成果を報告する。

2 成形加工現場が抱える技術課題の調査

筆者らは、県内の成形加工工場等を対象に、プラスチック成形加工現場が抱える廃プラスチックのリサイクルに係る技術課題について調査した。調査企業数は10社であり、うち、プラスチック成形加工に係る製造業が9社、非鉄金属くず卸業が1社である。

これらの企業から聴取したリサイクルに係る技術課題を表1に示す。廃プラスチックの削減とともに、廃スプルー・ランナー等の工場内リサイクルの推進を技術課題と答えた企業が多かった。また、既に再生プラスチック成形材料を用いて成形加工を行っている企業においても、

再生プラスチック成形材料は、射出成形時に、流動性や、固化速度がVirgin材と異なる性状を示すために、バリの発生や冷却時間の延長などの生産上の技術課題を抱えていることが明らかとなった。

表1 リサイクルに係る技術課題の回答数

技術課題	分類	回答数
廃スプルー・ランナー等の工場内リサイクルの推進	再生	5社
再生材利用増のための受け入れ判定基準の策定	再生	1社
廃プラスチックの削減	削減	5社
分解性プラスチックの利用	その他	1社

このことから、廃スプルー・ランナー等の再生プラスチック成形材料が示す特性を適切に把握し、最適な成形加工条件等を選定することがリサイクル率の向上、ひいては廃プラスチック排出量の削減にも寄与すると考えられた。そこで、プラスチック成形工場内マテリアルリサイクル材を想定した熱劣化モデル試料を作製し、各種劣化度評価を行い、再生プラスチック成形材料の成形加工における熱負荷による劣化の程度について、化学発光法などを用い、多面的な劣化評価を行った。

3 熱劣化モデル樹脂での各種劣化度評価

対象樹脂として、熱可塑性樹脂であり、5大汎用樹脂の一つで広範な用途に使用されるポリスチレン(PS)を用い、成形加工における熱負荷による劣化の程度について、化学発光法などを用い、多面的な劣化評価を行った。

3.1 試料

3.1.1 成形材料

成形材料は、汎用ポリスチレン(GP-PS)としてPSジャパン製HF77を、GP-PSの衝撃強度を強化するためにブタジエンを共重合した耐衝撃性ポリスチレン(HI-PS)としてPSジャパン製H9152を用いた。なお、GP-PSは無色透明の、HI-PSは乳白色のペレットである。

3.1.2 熱劣化試料の作製

試料を押し出し機(HAAKE製Rheomex PTW25p)を用

いて、熔融温度200℃で押し出して作製した。なお、押し出し機内滞留時間は2分程度である。Virgin材ペレットを1回押し出して得たペレットを1回熱劣化試料とし、その試料を用いて同様に押し出し操作を繰り返し、最大5回まで押し出して、ペレット形状の熱劣化試料を作製した。

ペレット形状の熱劣化試料を、熱プレス機(東洋精機製作所製mini TEST PRESS-10)を用い、直径25mm、厚み1mmの円板を作製し、レオメーター測定用サンプルとした。

また、ペレット形状の熱劣化試料を、射出成形機(日本製鋼所製JSW J50E-C5)により、樹脂温度200℃、金型温度40℃でダンベル試験片(JISK7193タイプA1)を成形した。また、この試験片の平行部から切削により、10mm角、厚み2mmの試験片を加工し、成形品の化学発光計測を行った。

測定に供した試料の一覧を表2に示す。

表2 熱劣化モデル試料一覧

樹脂・形状 押し回数	GP-PS	HI-PS	GP-PS	HI-PS
	ペレット, 円板		ダンベル試験片	
0回(Virgin)	G0	H0	G0-2	H0-2
1回	G1	H1	G1-2	H1-2
2回	G2	H2	G2-2	H2-2
3回	G3	H3	G3-2	H3-2
4回	G4	H4	G4-2	H4-2
5回	G5	H5	G5-2	H5-2

3.2 評価方法

3.2.1 FT-IR

ペレット形状またはダンベル試験片の熱劣化試料を、日本分光製FT/IR-6700を用い、一回反射ATR法でダイヤモンドプリズムを使用して測定した。

3.2.2 微弱発光検出装置による化学発光計測

化学発光計測は、東北電子産業製CLA-FS3s(試料室CLS-350LI)を用いて、JIS K 7351に準じて測定した。ペレット用の熱劣化試料の測定条件は、窒素(150mL/min)フロー下で、50℃から120℃まで5℃/minで昇温し、35分間保持した。ダンベル試験片平行部から切削した熱劣化試料の測定条件は、窒素(150mL/min)フロー下で、50℃から100℃まで5℃/minで昇温し、35分間保持した。

3.2.3 GPCによる分子量分布測定

ペレット形状の熱劣化試料をTHFに溶解し、Agilent製1100シリーズと東亜電波工業製カラムオープンICA3051の組み合わせで、カラムKF-804を用い、分子量分布を測定した。

3.2.4 メルトインデックサによる流動性評価

ペレット形状の熱劣化試料を、東洋精機製作所製メルトインデックサG-01を用いて、JIS K 7210(A法)に準じてメルトマスフローレイト(MFR, g/10min)を測定した。測定条件は温度200℃、荷重5kgfとした。

3.2.5 レオメーターによる動的粘弾性測定

円板状の熱劣化試料を、Anton-Parr製レオメーターMCR301を用い、窒素フロー下、直径25mmの平行プレートで挟み、温度220, 200, 180, 160, 140℃の5水準にて、ひずみ1%(固定)、角速度0.1~100rad/sの条件で動的粘弾性を測定した。

3.2.6 機械的特性の測定

ダンベル試験片の熱劣化試料について、東洋精機製作所製ストログラフV10-Cを用いて、引張特性をJIS K 7161-2に、曲げ特性をJIS K 7171に準じて測定した。引張試験の試験速度はGP-PSは5mm/min、HI-PSは50mm/minとした。曲げ試験の試験速度はGP-PS、HI-PSともに2mm/minとした。

また、ダンベル試験の両端つかみ部を切り取った平行部にノッチ加工を施したものを用いて、東洋精機製作所製シャルピー衝撃試験機DG-CBにより、シャルピー衝撃特性をJIS K 7111-1に準じて実施した。

3.3 結果及び考察

3.3.1 FT-IRによる組成分析

GP-PS及びHI-PSの測定結果を図2及び図3に示した。GP-PSは熱酸化により劣化が進行すると、カルボニル基の吸収が現れ、HI-PSはブタジエン成分が優先的に劣化し、同様にカルボニル基の吸収が現れる³⁾。しかし、今回作製した熱劣化試料のうち、最も熱負荷の高い試料であるG5-2及びH5-2でもカルボニル基の吸収は確

認できなかった。

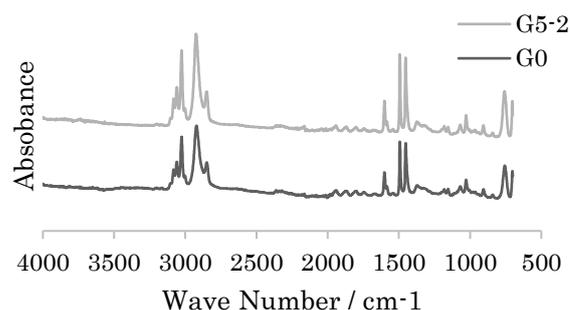


図2 GP-PSのIRスペクトル

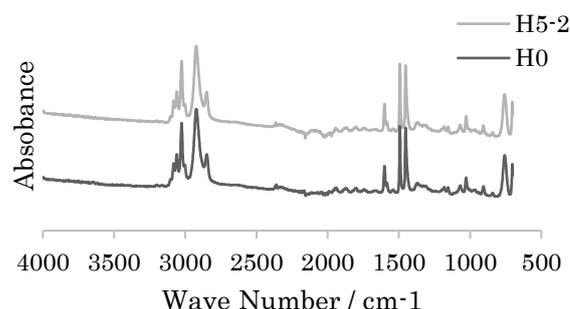


図3 HI-PSのIRスペクトル

3.3.2 微弱発光検出装置による化学発光計測

GP-PS及びHI-PSの化学発光計測結果を、単位重量当たりの化学発光量として図4及び図5に示した。押出回数の増加に伴い、化学発光量が増加傾向を示し、1回押出しでもVirgin材と比べて、明確な発光量の違いが確認され、FT-IRよりも高感度に劣化を捉えられた。本測定では可視光領域の化学発光を計測するため、試料内部からの発光が透過しやすい透明試料の方が化学発光の検出量が高くなる。しかし、今回の計測結果では透明なGP-PSよりも不透明なHI-PSの発光量が高く検出された。HI-PSでは、GP-PSには含まれないブタジエン成分が先行して劣化するためと考えられた。

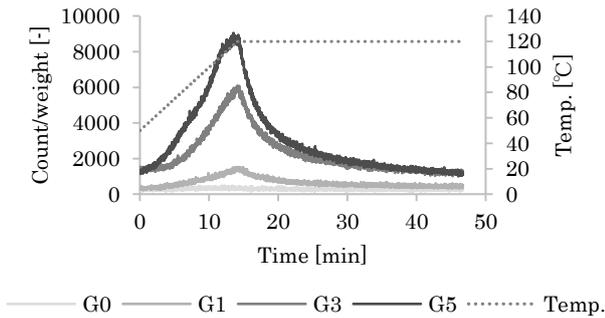


図4 GP-PSの単位重量当たりの化学発光量

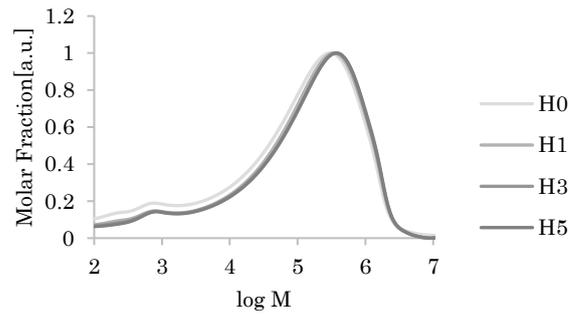


図7 HI-PSの分子量分布測定結果

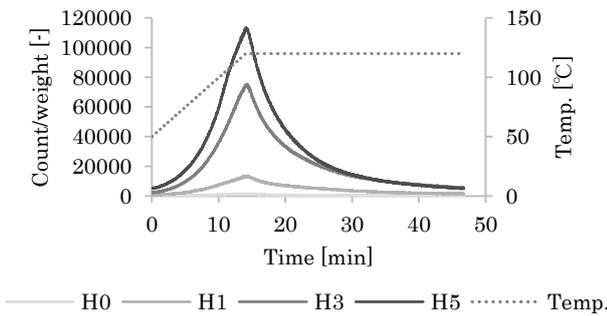


図5 HI-PSの単位重量当たりの化学発光量

3.3.3 GPCによる分子量分布

GP-PS及びHI-PSの分子量分布測定結果を図6及び図7に示した。GP-PSでは押し出し3回から分子量の低下が進んでいること、HI-PSでは今回の押し出しでは分子量の低下は見られないことがわかった。

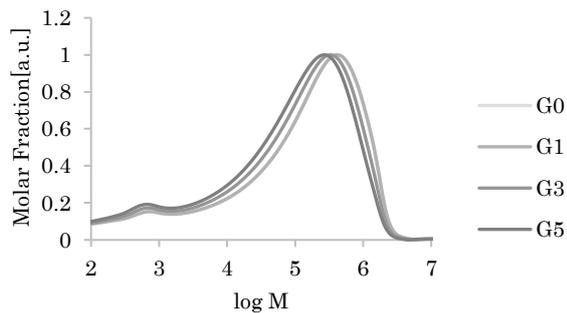


図6 GP-PSの分子量分布測定結果

3.3.4 メルトインデックサによる流動性評価

GP-PS及びHI-PSのMFR測定結果を図8に示した。GP-PS, HI-PSとも、押し出し回数とともにMFRが増大し、成形加工における流動性が増していることがわかった。また、分子量の低下が大きいGP-PSの方がMFRの増加割合が大きく、分子量との相関がみられた。

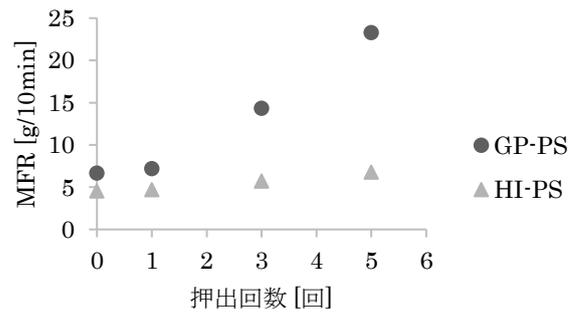


図8 MRF測定結果

3.3.5 レオメーターによる動的粘弾性

GP-PS及びHI-PSの動的粘弾性測定の測定結果を、180°Cを基準として時間温度換算則に従ってシフトさせて作成したマスターカーブを図9及び図10に示した。

図8より、G0とG5は高周波数側では変わらず、低周波数側が変わっていることから、分子の基本的な小さな構造は変化せず分子の長さが変わっている、つまりG5はG0に比べて分子量が低くなっていることを示している。図9より、H0とH5は高周波数側でも低周波数側でもあまり変わらない。これらの結果は、GPCによる分子量分布の測定結果との相関がみられる。

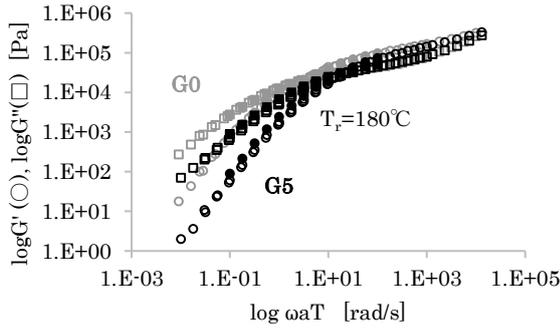


図9 GP-PSのG'及びG''のマスターカーブ

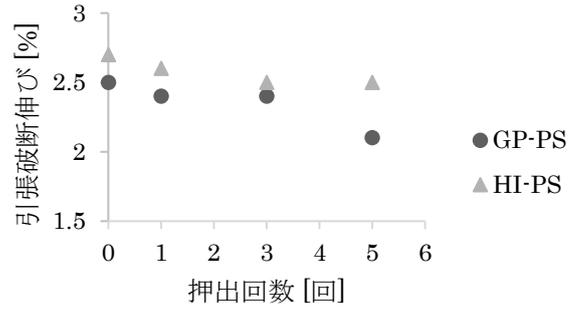


図12 引張試験結果(引張破断伸び)

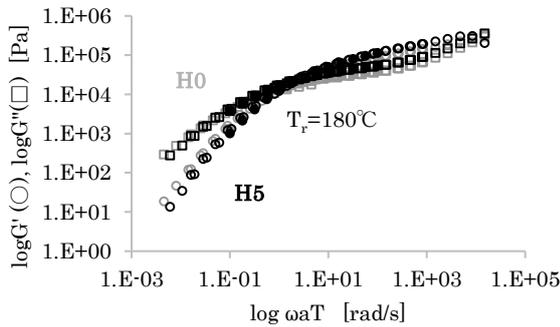


図10 HI-PSのG'及びG''のマスターカーブ

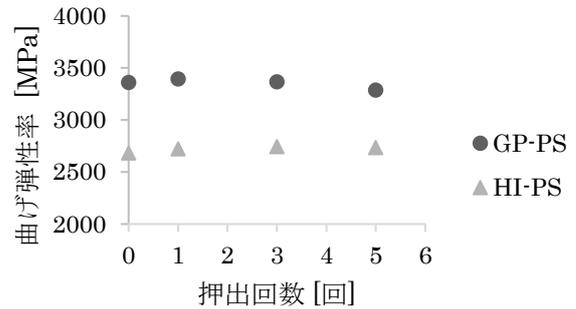


図13 曲げ試験結果

3.3.6 機械的特性

GP-PS及びHI-PSの引張試験により求めた引張強さ及び引張破断伸び、曲げ試験により求めた曲げ弾性率並びにシャルピー衝撃試験により求めたシャルピー衝撃強度を図11から図14に示した。引張強さ、引張破断伸び、曲げ弾性率では、押出回数による変化はあまり見られないが、シャルピー衝撃強度は押出回数の増加に伴い低下する傾向がみられた。特に、GP-PSよりもHI-PSで強い低下傾向を示した。これは、HI-PSに耐衝撃性を高めるため配合されているブタジエン成分がポリスチレン成分に先行して劣化したためと考えられる。

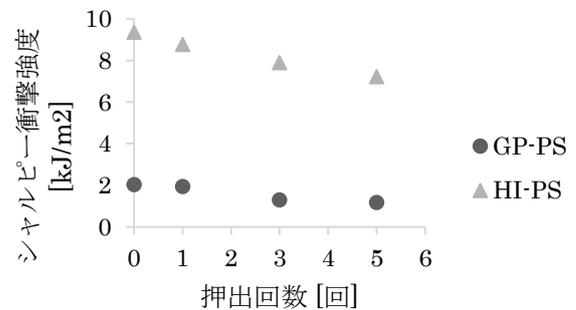


図14 シャルピー衝撃試験結果

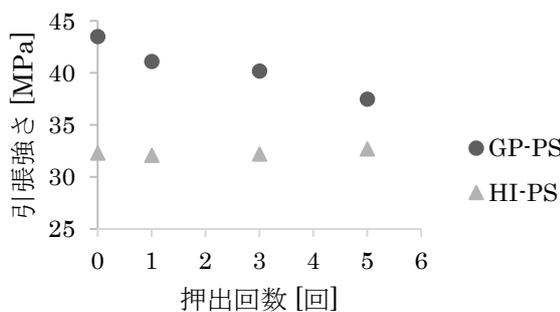


図11 引張試験結果(引張強さ)

3.3.7 機械的特性と化学発光計測の関係

ダンベル試験片の平行部から切削により加工した試験片を用いて化学発光を測定し、得られた単位面積あたりの化学発光量とシャルピー衝撃強度の相関関係を図15に示した。化学発光量とシャルピー衝撃強度は、GP-PSではゆるやかな相関関係が、HI-PSでは強い相関関係が示された。これは、押出回数の増加に伴う化学発光量の増大及びシャルピー衝撃強度の低下がHI-PSのブタジエン成分が先行して劣化していることに由来するためと考えられた。

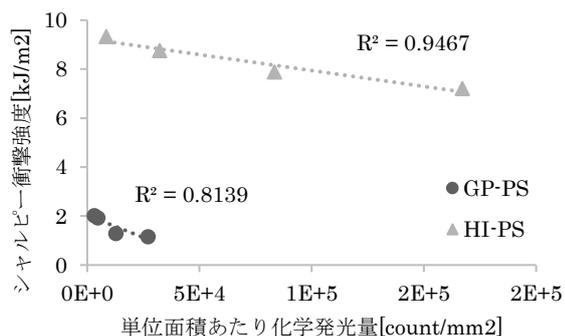


図15 単位面積当たりの化学発光量とシャルピー衝撃強度の相関関係

3.4 結論

GP-PSとHI-PSの熱負荷による劣化の程度について、多面的な評価を行った。その結果、化学発光法では高感度に劣化を捉えることができた。また、分子量とMFR、分子量と動的粘弾性、分子量とシャルピー衝撃強度及び化学発光量とシャルピー衝撃強度に相関がみられた。

HI-PSはGP-PSに比べ押出回数の増加に伴う化学発光計測における発光量の増大やシャルピー衝撃強度の低下率が高いが、このことは、HI-PSに含まれるブタジエン成分が先行して劣化しているためと推察された。また、GP-PSとHI-PSのように、同じスチレン系樹脂であっても、含有成分の差により劣化機構が異なり、マテリアルリサイクル時の物性低下防止等の対策手法も異なるものと推察された。このように多面的な評価を行うことで、GP-PSとHI-PSの劣化機構の違いを推定することができ、再生材を使用した成形品の品質確保のために必要な対策を具体化することができる可能性を見いだした。今後は、再生プラスチック成形材料が成形加工時に示す固化速度の遅延を対象とし、熱劣化モデル樹脂を用いた更なる再生材の特性評価を進めることとしている。

4 結言

本研究では、県内の熱可塑性プラスチックのリサイクル率向上に向けた技術調査を行い、以下の知見を得た。

- (1) 県内の成形加工工場等を対象に、プラスチック成形加工現場が抱える廃プラスチックのマテリアルリサイクルの技術課題について調査し、廃スプルー・ランナー等の工程内リサイクルの推進が主な課題の一つであり、再生プラスチック成形材料は、射出成形時に、

流動性や、固化速度がVirgin材と異なる性状を示すために、バリの発生や冷却時間の延長などの生産上の技術課題を抱えていることが明らかとなった。

- (2) 汎用ポリスチレンと耐衝撃性ポリスチレンの熱負荷による劣化の程度について、熱劣化モデル試料を製作し、多面的な評価を行った。その結果、化学発光法では高感度に劣化を捉えることができた。また、分子量とMFR、分子量と動的粘弾性、分子量とシャルピー衝撃強度及び化学発光量とシャルピー衝撃強度に相関がみられた。

謝辞

本研究の遂行にあたり、GPCの測定では東北大学工学部化学・バイオ工学科渡邊研究室に、レオメーターの測定では山形大学有機材料システム研究科杉本・Sathish研究室に多大なる御支援をいただいた。ここに感謝の意を表す。

なお、本研究報告には、マテリアルライフ学会第14回ケミルミネッセンス研究会(令和4年3月17日開催)にて発表した要旨に加筆・修正した内容を含む。

参考文献

- 1) 日本銀行 企業物価指数
<https://www.stat-search.boj.or.jp/index.html>
(参照 2022-04-27)の公開データから図を作成
- 2) Takatori E, Nippon Gomu Kyoukaishi, 87, 441 (2014).
- 3) 大澤善次郎, 高分子劣化・長寿命化ハンドブック, 丸善出版, 2011, 358p, ISBN 978-4-621-08419-9

【研究論文】

【令和3年度 県単独試験研究】

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 —

小山 誠司, 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 カゴメ株式会社イノベーション本部農資源開発部)

水産練り製品の高付加価値化を目指し、国立大学法人東北大学と青葉化成(株)が開発した「粉末魚油」(架橋ゼラチンにより魚油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。本研究では、粉末魚油を添加した揚げかまぼこをレトルト殺菌(115℃, 43 分)し、24℃, 6 ヶ月間の保存試験を実施した。その結果、魚油に含まれる機能性成分のドコサヘキサエン酸(以下, DHA)は減少せず、物性や色調, 香味も維持されることがわかった。

キーワード: かまぼこ, DHA, 粉末魚油, レトルト殺菌

1 緒言

宮城県の主要な水産加工品である練り製品は、生産量が東日本大震災で大きく落ち込み、令和元年度には全国第 5 位まで回復したものの、震災前に比べ生産量は 6 割程度にとどまっている¹⁾。そのため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。

当センターでは、平成 29 年度から宮城県水産技術総合センターと共同で DHA を含む健康志向食品として、DHA 含有の酸化安定性に優れる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⁾。粉末魚油は、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)が開発した商品で、架橋ゼラチンによって魚油を安定化させ、魚油に含まれる DHA 等の不飽和脂肪酸の酸化を抑制するとともに、徐放性があることを特徴としている³⁾。

かまぼこの賞味期限は冷蔵で 1 週間程度だが、レトルト殺菌により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る。一方でレトルト殺菌は高温高圧(例:121℃, 4 分)な処理となり、成分や物性、色調、風味への影響が懸念されたため⁴⁾、令和 2 年度には粉末魚油を添加したかまぼこについてレトルト殺菌後の物性や色調、食味試験を行うことで最適なレトルト殺菌条件を 115℃, 43 分と決定した⁵⁾。令和 3 年度は、レトルト殺菌後 24℃, 6 ヶ月間の保存試験を行い、DHA 含有量、物性、香気成分等の特性について検討したので報告する。

2 方法

2.1 材料

すり身は、プレミアパシフィックシーフーズ社のスケトウダラ冷凍すり身(SA級)を用いた。粉末魚油は、青葉化成(株)のJENO-3(DHA含量11%)を使用した。物性維持のためのトランスグルタミナーゼ(以下, TG)は味の素(株)のアクティブTG-Kを用いた。

2.2 かまぼこの調製, 保存

表1の配合で、既報⁵⁾の通り生地を調製した。まず冷凍すり身をバンドソー((株)秋山機械, TS-20)で切断し、立型式高速カッター((株)エフ・エム・アイ, R-10D)で空ずり・塩ずりした後、水, TG, 粉末魚油を加え混合した。この際、空ずり、塩ずりおよび混合時の品温は10℃以下となるよう管理した。

表1 生地の配合

材 料	配合(重量比)
すり身	100
水	70
食塩	2.5
TG	0.5
粉末魚油	10

できあがった生地を成型機((株)日本キャリア工業, 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), SCOS-1010RH)により40℃, 90%Rhで1時間保持し座りを行った。その後, 室内で約1時間保持した後, サラダ油で110℃, 4分と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)により115℃, 43分のレトルト殺菌を行った。

保存試験は24℃(東京理化学器械(株), 低温恒温チャンバーFMC-100)で行い, 1ヵ月, 3ヵ月および6ヵ月後に分析した。

2.3 分析方法

物性は, クリプメーター((株)山電, RE2-33005)でロードセル19.6N, 平面クサビ型プランジヤー(No.49, クサビ先端幅1mm×13mm, 角度30°)を用いて, 速度1mm/secで歪率90%まで圧縮し, かまぼこ内部の破断応力と破断歪率を測定した。かまぼこは厚さ約10mmに裁断してから表面の着色部分をナイフで取り除いた。

断面色の色調は分光測色計(コニカミノルタ(株), CM-700d)を用いて測定した。表色系はCIE LAB色空間, 光源はD65, SCI(正反射光含む)方式, 10°視野で行った。

水分は, 常圧加熱乾燥助剤添加法(105℃, 5時間)により測定した⁶⁾。

DHA含量は, 酸分解法により粗脂肪抽出⁷⁾を行い, 粗脂肪を乾燥後, 三フッ化ホウ素・メタノール溶液によりメチルエステル化し⁸⁾, ガスクロマトグラフ(以下, GC)((株)島津製作所, GC-2030)により分析した。キャリアガスは窒素, カラムはDB-WAX(10m, 内径0.25mm, 膜厚0.25μm, アジレント・テクノロジー(株))を用いた。内部標準にはヘプタデカン酸を用い, 試料中にあらかじめ混合してメチルエステル化を行った。

香り成分の分析は, 固相マイクロ抽出法(以下, SPME)により, かまぼこ試料を封入したバイアル中の気層(以下ヘッドスペース)の成分を吸着させ, 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)で行った。SPMEは Supelco StableFlex 2cm SPMEファイバーDVB/CAR/PDMS(メルク社)を使用し, 吸着は40℃, 20分, 脱着は240℃, 2分で行った。カラムはDB-WAX(60m, 膜厚0.5μm, 内径0.32mm, アジレント・テクノロジー(株)), 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℃,

昇温速度4℃/分, 分析時間50分で行った。

食味試験は宮城県産業技術総合センター職員6~10名で, 硬さと着色を5点法(5点強, 1点弱)により絶対評価で行い, 味, 香り, 外観, 色調, 総合評価についてそれぞれ任意でコメントをもらった。

3 結果

3.1 物性

物性測定の結果を図1に示した。破断応力, 破断歪率はほぼ一定で推移しており, 大きな変化はなかった。

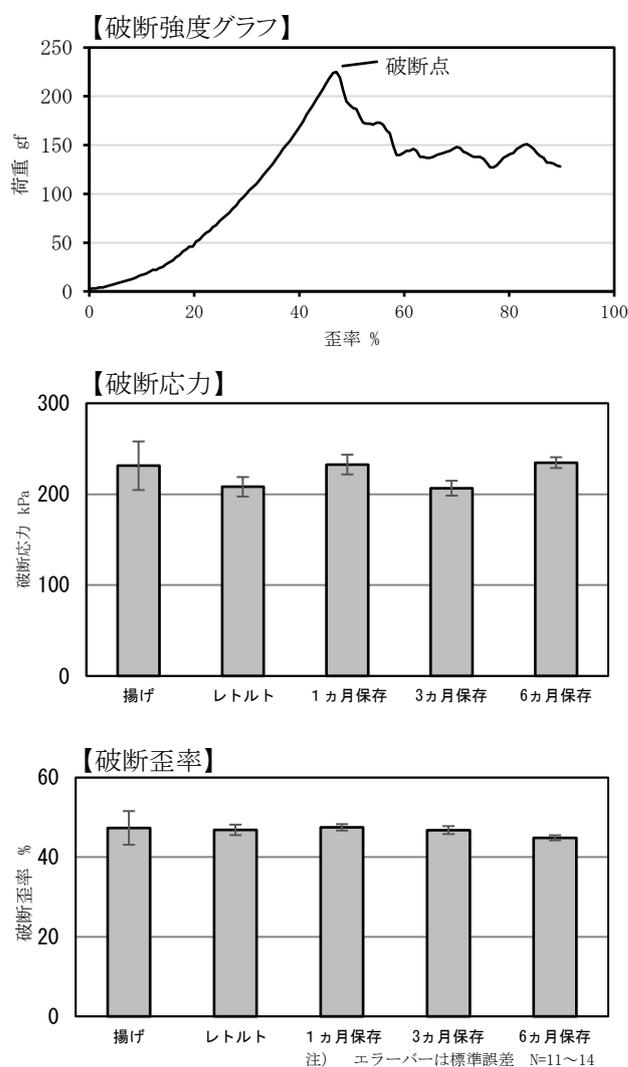


図1 かまぼこ内部の破断強度と破断応力・歪率

3.2 断面の色調

断面の色調は, 揚げとレトルト殺菌後の色差が2.66と最も大きく, 明度(L*)が下がり, a*値とb*値がやや上昇

した。保存中の色差(ΔE^*ab)は2未満であり、大きな変化は見られなかった(表2)。

表2 断面の色調と色差

	L*	a*	b*	ΔE^*ab
揚げ	84.03	-1.35	9.72	2.66
レトルト殺菌	82.51	-0.85	11.85	—
1ヵ月保存	82.94	-0.92	12.27	0.60
3ヵ月保存	82.87	-0.06	12.93	1.39
6ヵ月保存	83.46	-0.20	12.18	1.21

※色差 ΔE^*ab はレトルトに対する差を表示

3.3 DHA含量

各段階におけるDHA含量を図2に示した。

生地から揚げ、レトルト殺菌、保存後までおよそ3%で推移していた。

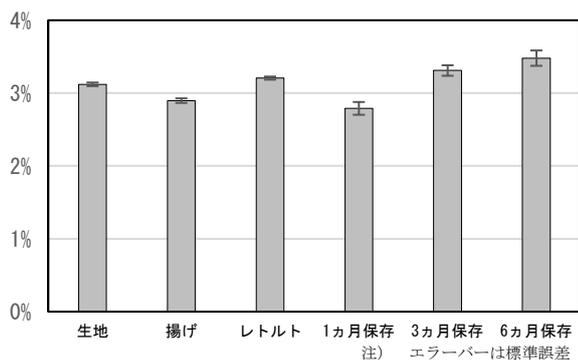


図2 固形分中DHA含量の推移

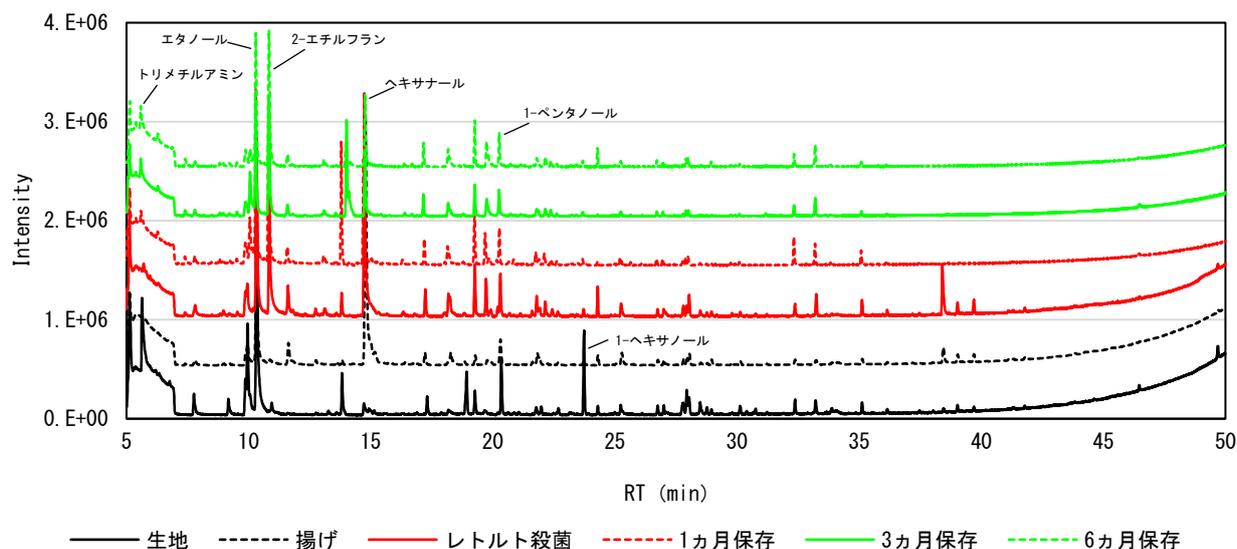


図3 粉末魚油添加揚げかまぼこのGCMS分析結果

3.4 香気成分分析

GCMS分析の結果を図3に示した。魚臭の原因として知られるトリメチルアミンは、生地から保存期間まですべての段階で出現していた。2-エチルフラン等のフラン化合物やヘキサナール等のアルデヒド・ケトン類は、揚げやレトルト殺菌等の加熱工程から増加し、保存期間中も維持されていた。

3.5 食味試験

食味試験における硬さと着色についての評価結果を表3に示した。硬さの評価はほぼ一定だったが、コメントにおいて、異味異臭等の指摘はないものの、焼き魚様の匂い、やや柔らかい、口中で崩れやすい等の記載がみられた(データ非掲載)。

表3 5点法による食味評価結果

	硬さ					着色				
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
揚げ		5	2	1		4	4			
レトルト殺菌	1	3	3	1		3	4	1		
1ヵ月保存	1	4	3	2		3	3	3		
3ヵ月保存		2	4			2	3	1		
6ヵ月保存	1	3	5			2	3	4		

4 考察

レトルト殺菌による物性変化は既報⁵⁾でも報告したとおりTGの添加で改善され、保存期間中も物性は維持されるものの(図1)、食味試験のコメントでは、脆い、崩れるといった記載があり、やはりかまぼこらしい硬さ・弾力(いわゆるプリプリ感)が期待されていると思われた。TG添加時のすり身の温度やTGの反応時間の検討、あるいはデンプンの配合等が必要と考えられた。

DHA含量は各段階を通じて固形分当たり約3%を維持していた(図2)。当初、保存期間中に漸減することも想定していたが、保存1ヵ月目は3%を下回ったものの、3ヵ月目、6ヵ月目は生地中の含量を上回った。これは保存中に生じたドリップにより水溶性成分が流出し、固形分当たりのDHA含量が見かけ上増加したと考えられ、さらに魚油の粉末化による脂肪酸の酸化抑制と真空包装による酸素の遮断によりDHAの分解が抑えられたためと考えられた。

GCMSによる香气成分分析では、魚臭を構成しているトリメチルアミンのほか、揚げやレトルト殺菌工程によってフラン類やアルデヒド・ケトン類が生成されており、保存期間中も保持されていることがわかった(図3)。食味試験においては総じて焼き魚のような匂いとのコメントがあり(データ非掲載)、これら香气成分がかまぼこの匂いを構成している可能性があった。また、魚油を配合したことから保存中に酸化臭の発生を予想したが、食味試験では期間を通じて指摘はなく、GCMS分析からもそれを窺わせるような結果は得られなかった。

5 結言

粉末魚油を添加した揚げかまぼこをレトルト殺菌し、6ヵ月間の保存試験を実施し、物性、色調、DHA含量、香气成分への影響を確認した。

- (1) 保存6ヵ月後において、物性、色調、DHA含量、香气成分に大きな変化はなかった。
- (2) 食味試験において、異味異臭等は確認されなかった。
- (3) 粉末魚油を添加した揚げかまぼこのレトルト殺菌品は、24℃、6ヵ月保存後も特性が維持されることを確認した。

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。

記して感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 農林水産省. 水産加工統計調査
https://www.maff.go.jp/j/tokei/kouhyou/suisan_r_yutu/suisan_kakou/
- 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) 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.
- 4) 岡田稔, かまぼこの科学. 成山堂書店. 2000, p.164-165
- 5) 佐藤信行, 大坂正明, 畑中咲子. 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, 2021, No.18, p69-73
- 6) 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.
- 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.

【研究論文】

【令和元年度～令和3年度 県単独試験研究】

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、近年の消費者の減塩志向より、減塩表示のある味噌の需要も高まっている。本研究では、仙台味噌らしい風味を持った減塩味噌を実現するため、塩分濃度が製造過程に与える影響を香り・味等の分析により明確化し、温度や熟成期間といった管理ポイントを抽出し、製造プロセスの最適化を試みた。

目標とする塩分濃度(9%)で水分量を最適化(46%)したプロセスについて、中規模および製造規模での仕込試験を実施したところ、機器分析および官能評価において減塩味噌は仙台味噌と同程度の品質という評価を得られた。また、温度による味・香り等の品質特性の経時変化を存試験として実施したところ、保存期間4ヵ月時点で保存温度20℃では熟成が進み明度(Y%)が低下したが、保存温度15℃では大きな変化は見られず、特性が保たれていることが分かった。

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となっている。

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が、一方で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ている⁴⁾。このことから、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、従来品より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(wt%)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、出荷量が減少傾向にある。宮城県内でも減塩味噌を製造しているメーカーもあるが、普及している減塩味噌の製法は麴を多く用いるため、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。こういった状況から、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の製造を目指し平成29年度から試験を開始している。

本研究では、仙台味噌らしい風味を持った減塩味噌を実現するため、温度や熟成期間といった管理ポイントを抽出・最適化することによる減塩味噌製法のモデルプロセスの構築を目指し、小仕込試験(20kg)を通じ目標塩分の設定および条件最適化を実施した。その後、最適化した塩分濃度および水分量に基づき、県内の味噌製造企業の協力により中規模(80kg程度)及び製造規模(300kg)での試験仕込を実施し、さらには保存温度の違いによる味・香り・色等の品質特性の経時変化を調査した。

2 実験方法

2.1 市販減塩味噌と市販仙台味噌の比較

市販減塩味噌は市内の小売店で、また、市販仙台味

噌については、宮城県味噌醤油工業組合（以下、味噌組合）組合員より購入し、塩分相当量に関する調査および味覚センサーによる評価を行った。

2.2 味噌仕込試験

1) 小仕込試験（令和元年度）

一般的な仙台味噌の製造工程（洗浄、浸漬、蒸煮、仕込み、発酵・熟成）により仕込み重量20 kg、麴歩合8分で宮城県味噌醤油工業協同組合（以下、味噌組合）の設備を用いて仕込みを行った。大豆（宮城県産ミヤギシロメ）は洗浄後、一晚浸漬を行い、大豆蒸煮缶（株）フジワラテクノアート製、ZJ-450）で加圧蒸し（117℃、30分、75 kPa）を行った。県内味噌メーカーで製造した麴、並塩、蒸し大豆、種水（味噌用酵母含む）を混合した後、挽肉機にかけ、FRPタンクに詰め重石をした後、30℃で3ヶ月熟成し、その後15℃の環境下においた。熟成期間中、1ヶ月ごとにサンプリングと天地返しを行った。サンプリングは仕込容器の中心部から行い、サンプリングした味噌は分析まで-60℃で保存した。

2) 中規模仕込試験（令和2年度）

小仕込試験にて最適化した条件の検証と共に、スケールアップ時の課題抽出を行うため、80 kg程度の中規模仕込試験を実施した。試験場所については、味噌組合にて組合員の中から選定した。試験区として減塩区と対照区を設定し、減塩区は仕込条件として、塩分濃度9%、水分量46%から47%、米麴を大豆量の8割、切り返しを月1回とし、熟成温度等の条件については、通常生産する製品に合わせた。また、対照区は、各社で生産している仙台味噌を設定し、同規模で仕込んだ。熟成期間中、1ヶ月ごとにサンプリングを行った。

3) 製造規模仕込試験（令和3年度）

製造規模での味噌の品質の見極めのために、味噌組合組合員1社にて300kgの製造規模仕込試験を実施した。仕込条件については、塩分9%、水分46%、米麴を大豆の8割とした。熟成温度や切り返し等の条件については、中規模仕込試験と同様、通常生産する製品に合わせた。また、同社で対照として仙台味噌を20kgで仕込んだ。熟成期間中、1ヶ月ごとにサンプリングを行った。

2.3 官能評価

仕込試験や購入した味噌の官能評価を、「良い」、「やや良い」、「同等」、「やや悪い」、「悪い」の5段階評価で行った。評価項目としては「味」、「香り」、「色調」、「組成」、「総合」の5項目とした。

2.4 味覚センサーによる味評価

味噌に10倍量の蒸留水を加えホモジナイズし、遠心分離（1,500 rpm、10分）を行った後、上清を測定サンプルとして、味覚センサー（ α Astree, アルファ・モス株式会社）に供し7つのセンサー（AHS, PKS, CTS, NMS, CPS, ANS, SCS）の応答値を用いて主成分分析（以下、PCA）を行った。主成分分析には、同一サンプルを3回測定したデータを用いた。

PCAとは多変量解析手法であり、すべての味覚センサーデータを用いて、最も寄与した因子（第一主成分：以下、PC1）もしくは2番目に寄与した因子（第二主成分：以下、PC2）の相対寄与率因子を算出する手法⁵⁾で、基準試料との比較や官能評価との相関などの評価が可能となる。解析には付属のソフト（Alfasoft）の多変量解析機能を用いた。

2.5 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

ガスクロマトグラフ質量分析装置（GCMS-QP2010 Plus, 株式会社島津製作所）を用いて仕込味噌の香気成分分析を実施した。

味噌3 gをサンプル瓶に入れ、密封し測定サンプルとした。香気成分の捕集方法としては、固相マイクロ抽出法（SPME法）を用いた。測定サンプルを40℃で加温しながら、香気成分をSPMEファイバー（Divinylbenzene/Carboxen/Polydimethylsiloxane（DVB/CAR/PDMS）、膜厚50/30 μ m）に20分吸着させ、GCMSに供した。また、GCMSの分析条件は表1の通りとした。

表1 GCMS測定条件

検出器:質量分析装置
温度:40℃-4℃/min-200℃
カラム:DB-WAX(id 0.32mm×60 m, 膜厚 0.50μm)
注入口温度:200℃
フィラメント:250℃
キャリアガス:ヘリウム

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 (GC2030+HS-20, 株式会社島津製作所) を用いて仕込味噌の香气成分分析を実施した。

試料前処理についてはGCMS分析と同様に実施し、香气成分の捕集方法としては、ヘッドスペース法を用いた。HSGCの分析条件は表2の通りとした。

表2 HSGC測定条件

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

2.6 一般成分分析

試験に用いた味噌の水分量, 総窒素, pH, 塩分, アルコール, ホルモール窒素, 水溶性窒素, 水分活性, 色調(Y_{xy}表色系)を測定した。測定については、味噌組合で実施した。

2.7 保存試験(令和3年度)

減塩味噌の保存温度による品質特性の変化の違いを見るため、5℃(冷蔵庫温度を想定)、15℃(仙台市の年間平均気温(12.8℃)⁸⁾を想定)、20℃(常温)で保存し、色、味や香りの経時変化を評価した。保存試験に使用した味噌は製品としての出荷・販売を想定し、1kgずつに分け、防湧(再発酵防止)のためアルコールを4%

添加した。

評価については、1ヶ月に1度サンプリングを行い、官能評価、一般成分分析およびHSGCによる香气成分の分析を実施した。

3 実験結果及び考察

3.1 市販減塩味噌と仙台味噌の比較

1) 市販減塩味噌の調査

減塩表示のある市販味噌9種類について、塩分カット率、塩分相当量、麴歩合の調査を実施した(表3)。食品表示法において、味噌は従来品等の対象食品に比べて塩分を15%以上低減した商品は「減塩」と表示ができ、

表3 市販減塩味噌の塩分カット率, 塩分相当量, 麴歩合

	塩分カット率(%)	塩分相当量(g/100g)	麴歩合*	製造所所在地
A	15	9.9	大豆≧米	愛知県
B	30	8.4	大豆≦米	長野県
C	25	8.4	大豆≧米	長野県
D	20	9.4	大豆≧米	長野県
E	30	8.5	15割	長野県
F	20	8.9	20割	長野県
G	25	8.1	大豆≧米	長野県
H	25	8.1	15割	長野県
I	25	8.7	10割	長野県

※麴歩合の記載の無い商品については、製品表示より判断

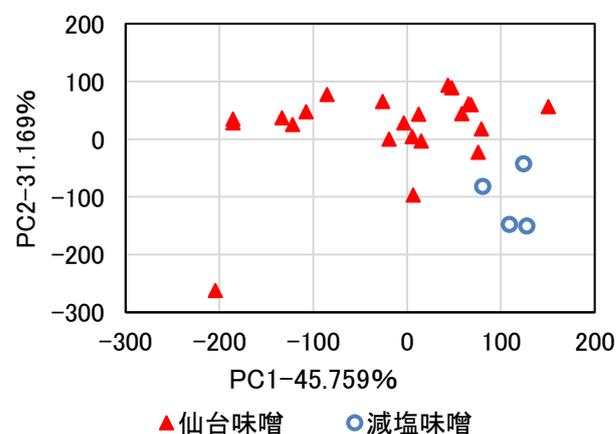


図1 市販仙台味噌と市販減塩味噌のPCA結果

表 4 段階的に塩分を低減した仕込味噌および市販減塩味噌の官能評価結果(22名による)

サンプル	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
塩分 10%	2	3	13	3	1	1	6	10	5	0	2	7	10	3	0	1	2	15	4	0	0	6	12	4	0
塩分 9%	0	5	12	4	1	2	3	10	7	0	2	3	8	8	1	0	1	13	8	0	0	4	11	7	0
塩分 8%	0	5	5	11	1	1	3	10	7	1	2	1	10	9	0	0	1	13	8	0	0	3	9	10	0
塩分 7%	0	5	5	9	3	0	4	5	12	1	0	4	8	9	1	0	2	6	12	1	1	0	9	11	1
塩分 6%	0	1	2	12	7	1	1	4	13	3	0	0	5	12	4	0	0	7	12	2	0	0	4	14	4
A	0	4	9	6	3	0	4	6	9	3	0	7	9	4	2	1	7	10	2	0	0	6	9	6	0
E	0	6	3	8	5	0	2	4	11	4	0	3	4	13	2	0	2	9	10	0	0	3	8	11	0
H	0	3	6	7	6	0	1	6	9	4	0	2	6	11	2	0	3	9	8	1	0	2	5	14	1
I	1	7	7	7	0	0	2	8	7	3	0	5	4	8	4	1	3	11	3	3	1	6	2	10	3

今回調査した商品では塩分カット率は最大で30%、塩分相当量として最も少ないのは8.1 g/100 gであった。

2)味覚センサーによる減塩味噌と仙台味噌の評価

市販減塩味噌のうち、製造所が異なり、かつおだし入りではない味噌4種および市販仙台味噌22種類について味覚センサーの応答値より得られたデータを用いてPCAを行った結果を図1に示す。PC1の寄与率は45.7%、PC2の寄与率は31.1%で、寄与率としては同程度であり、市販仙台味噌と市販減塩味噌とは重なりが見られなかったことから、両者は味のバランスが異なると推察された。

3.2 塩分濃度を段階的に減らした仕込試験

平成30年度に宮城県みそ技能士会における独自の取組みとして、塩分濃度12%を基準とし、これを10%、9%、8%、7%、6%と段階的に低減させた仕込試験を実施した。これらについて、塩分12%の味噌を基準品としみそ技能士会会員22名で官能評価を実施した(図2)。

官能評価の結果(表4)より、総合評価では塩分9%の仕込味噌までが仙台味噌と同等と考えられるが、味や香りについて改善の余地があることもわかった。特に、評価者から、「味噌が硬い」、「水分不足である」という意見があった。基準品の仕込時の水分量が47%であったのに対し、他の仕込み味噌では防腐と、対水食塩濃度も考慮し、水分量を45.5%としたため(表5)、水分不足



図 2 官能評価の様子

表 5 段階的に塩分を低減させた仕込試験の仕込時の水分量と耐水食塩濃度

塩分(%)	水分量(%)	耐水食塩濃度(%)
12	47.0	20.3
10	45.5	18.0
9	45.5	16.5
8	45.5	15.0
7	45.5	13.3
6	45.5	11.7

との評価意見が出されたものと推察された。そこで、組成に影響を与えていると考えられる水分量を管理ポイントとした。

また、市販の減塩味噌4種類について同時に官能評価を行った結果、評価は基準品より低かった。特にサンプルIについては、本研究の方向性に近い、減塩でも旨味濃厚という特徴を謳っていたが、同様の結果となった。このことから、味評価装置の結果も含め、市販の減塩味

噌と仙台味噌とは異なる特徴を持っているということが示された。

3.3 小仕込み試験による管理ポイントの最適化

1) 試験区の設定

みそ技能士会の官能評価の結果より、塩分9%までが仙台味噌と同等であることがわかったことから、塩分9%の味噌の高品質化を図ることとした。管理ポイントとした水分量の最適化を図るため、水分量をやした仕込試験を実施した。試験区は、塩分9%で仕込時の水分量を段階的に増やした4区を設定し、さらに一般的な仙台味噌として塩分12%、水分量47%の対照区を設けた(表6)。

表 6 仕込試験条件

	水分量(%)	塩分(%)
試験区 1	45.5	9
試験区 2	46	9
試験区 3	47	9
試験区 4	48	9
試験区 5(対照)	47	12

2) 組成改善の確認

試験仕込にて製造した味噌について、組成が改善されているかを確認するため、試験区1(塩分9%、水分45.5%)を基準品として、試験区2から試験区4の官能評価を実施した(表7)。その結果、水分量が多くなると、組成の改善は認められるものの、その他の色、味、香り、総合評価が低くなることがわかった。

3) 市販仙台味噌との比較

試験区1から試験区4について、市販仙台味噌と比較するため、味評価装置による評価を実施した。そのPCA結果(図3)より、PC1の寄与率は66.7%、PC2の寄与率は16.5%であり、PC1方向では、試験区4は市販仙台味噌とは離れた位置にマッピングされていることから、試験区4は仙台味噌とは異なる味の特徴を持っており、その他の試験区については仙台味噌に近い味の特徴を持っていることが分かった。

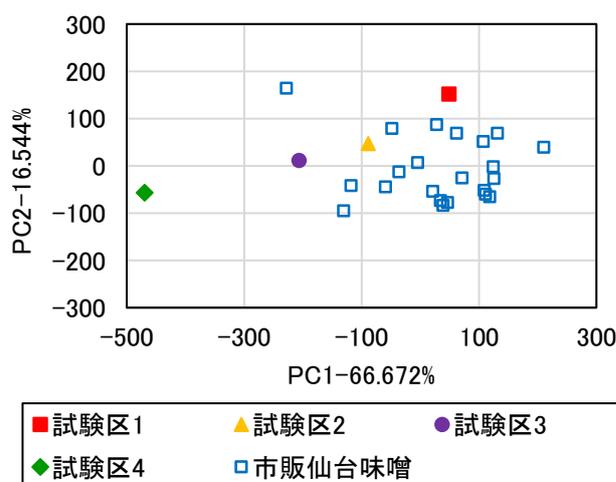


図 3 仕込味噌と市販仙台味噌の PCA 結果

また、香り評価装置の測定結果より、試験区 1 から試験区 5 までクロマトグラムに違いが見られたことから、香氣成分に違いがあると考えられたため、GCMS を用いて詳細な分析を実施した。

その結果(図 4)より、ピーク 1 およびピーク 2 に大きな差が見られ、付属のライブラリより化合物の検索を行ったところ、ピーク 1 は乳酸エチル、ピーク 2 は酢酸であると考えられた。

表 7 試験区 1 を基準品とする官能評価結果(5 名による)

サンプル	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
試験区 2	0	1	4	0	0	0	1	3	1	0	0	1	3	1	0	0	0	5	0	0	0	1	4	0	0
試験区 3	0	1	2	2	0	0	1	1	3	0	0	0	4	1	0	0	3	2	0	0	0	1	2	2	0
試験区 4	0	0	0	2	3	0	0	0	4	1	0	0	2	2	1	0	3	1	1	0	0	0	1	2	2

さらに、一般成分の分析結果から、熟成3ヶ月目のpHは試験区1で5.19、試験区2で5.01、試験区3で4.91、試験区4で4.68と水分が多いほどpHは低下し、酸敗が見られた。以上の結果から、塩分9%の味噌の仕込時の最適な水分量は46%であると考えられた。

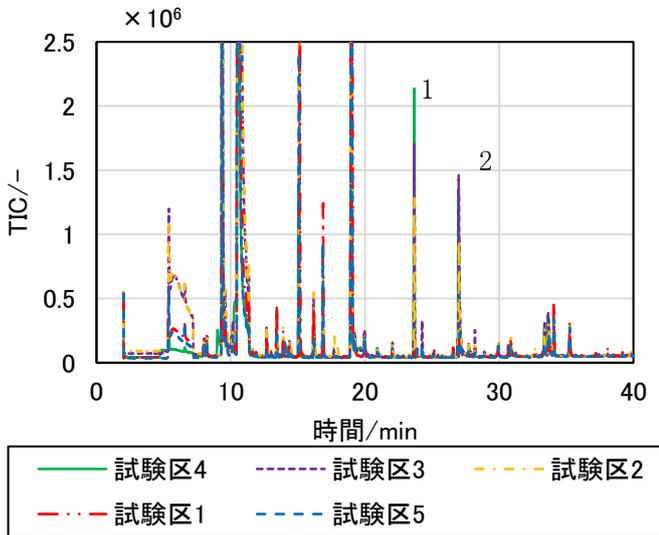


図4 仕込味噌のGCMS結果(TIC)

3.4 中規模仕込試験

中規模仕込試験については、県内味噌製造企業6社の協力が得られ、そのうち1社については、仕込み時期が他社と異なったため、今後の検討は残りの5社の味噌で実施した。その5社の仕込時及び熟成3ヶ月目の塩分濃度、水分量は表8の通りであり、概ね設定した塩分濃度および水分量となっていることが分かった。

表8 各社の仕込時及び熟成3ヶ月目の仕込味噌の塩分濃度および水分量

	区分	塩分(%)		水分量(g/100g)	
		仕込時	3ヶ月	仕込時	3ヶ月
A社	対照	12.6	13.0	46.3	46.7
	減塩	9.1	9.3	43.9	45.8
B社	対照	11.7	12.1	47.5	49.6
	減塩	9.2	9.3	49.6	47.3
C社	対照	11.9	11.5	46.3	46.5
	減塩	9.4	9.1	44.7	46.6
D社	対照	12.5	12.6	49.9	52.4
	減塩	8.9	9.2	47.8	51.6
E社	対照	12.6	12.6	45.5	47.8
	減塩	8.8	8.9	43.9	46.3

1) 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9に示す。

これより、A社、B社にて「やや悪い」という評価が多かったが、C社、D社、E社では対照区、いわゆる仙台味噌と同等との評価が多く得られた。

2) 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を行った結果を図5に示す。

表9 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

官能評価で味が「同等」と評価されたC社, D社はほぼ同じ位置にプロットされ, 「やや悪い」の評価が多かったB社では離れた位置にプロットされた。A社, E社は官能評価の傾向とは異なったが, これについては, 今後詳細な検討が必要と思われた。

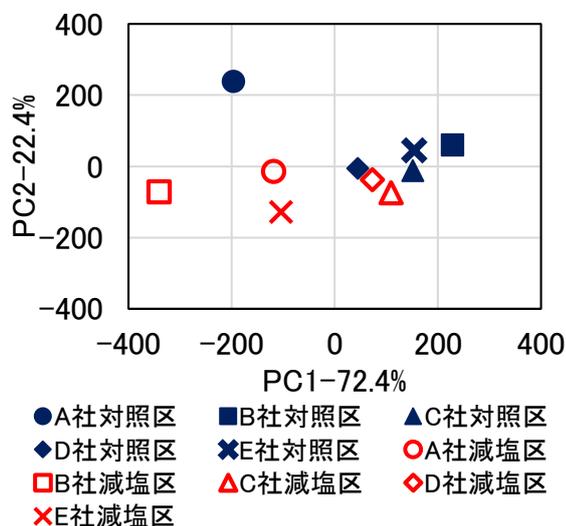


図5 各社対照区, 減塩区の PCA 結果

3) 香気成分分析

各社の減塩区および対照区のHSGC測定結果を図6に示す。得られたピークは図中の①から⑳までであり, 各サンプル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, 減塩区および対照区では香りに関与する成分に大きな違いは見られないことが分かった。

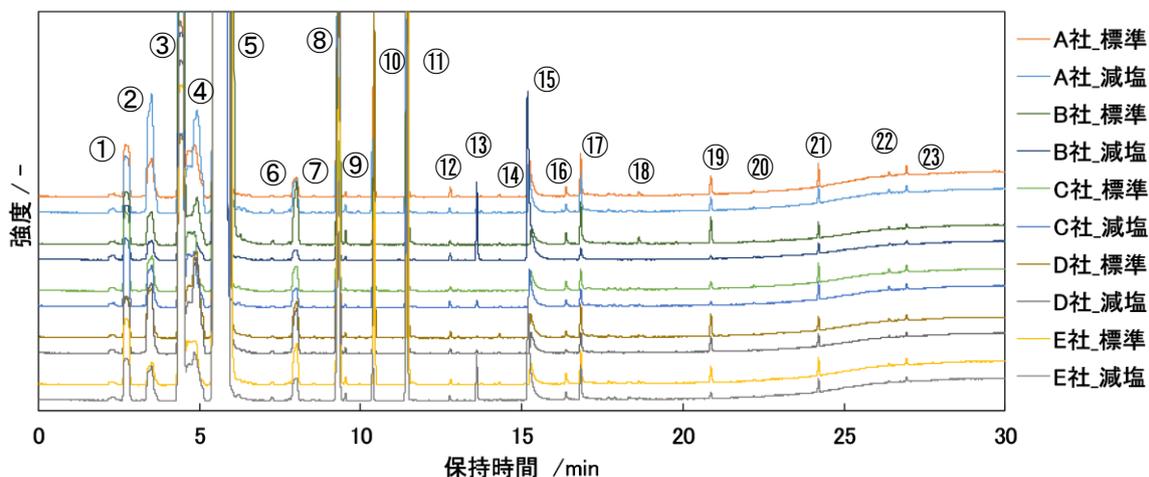


図6 各社の減塩区および対照区の HSGC 結果

また, 各ピークの強度を見ると, No4, No9, No15, No18, No19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, No4(イソバレラルデヒド), No9(2-メチル2-ブテナール), No15(酢酸), No18(フェニルアセトアルデヒド), No19(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・モス株式会社)で検索すると, No4, No9, No18, No19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No15は刺激臭であり, 表に示す官能評価の結果と比較すると, 前者を重視した評価者は「良い」, 「やや良い」を, 後者を重視した評価者は「悪い」, 「やや悪い」という評価を与えたものと考えられた。

3.5 製造規模仕込試験

1) 鑑評会審査員による官能評価

製造した減塩味噌について, 仙台味噌を対照として官能評価を実施した。評価者は第68回本場仙台味噌・醤油鑑評会 味噌の部に参加した鑑評会審査員13名とした。表10に官能評価の結果を示す。多数の評価者が同等以上の評価をしており, 「減塩でもしっかり塩味を感じた」, 「減塩であるにも係わらず, 旨みがある」, 「減塩を感じさせない味」といった意見もあった。試験区

及び対照区の熟成3ヶ月目の一般成分分析結果(表12)においても, 各項目において特に大きな違いが見られなかったことから, 製造規模でも仙台味噌と遜色ない味噌が製造できると判断できた。

表 10 本場仙台味噌・醤油鑑評会審査員による官能評価結果

評価者	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		○						○					○						○				○			
B			○					○					○						○					○		
C		○						○					○						○				○			
D			○					○					○						○					○		
E		○						○					○						○				○			
F	○							○					○					○					○			
G		○							○				○						○					○		
H		○							○				○						○					○		
I		○						○					○						○				○			
J	○							○				○							○				○			
K		○						○					○						○				○			
L		○							○					○					○						○	
M		○						○					○						○				○			

表 11 特性保存試験における官能評価結果

サンプル		色					香り					味					組成					総合				
保存温度	保存期間	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
15℃	1ヶ月	1	2	4	0	0	1	4	2	0	0	1	5	1	0	0	1	0	6	0	0	1	4	2	0	0
	2ヶ月	0	5	1	0	0	1	2	3	0	0	0	4	2	0	0	0	3	3	0	0	0	5	1	0	0
	3ヶ月	1	3	1	0	0	0	4	1	0	0	1	2	2	0	0	0	2	3	0	0	1	3	1	0	0
	4ヶ月	1	3	2	0	0	0	4	2	0	0	0	4	2	0	0	1	1	4	0	0	1	4	1	0	0
20℃	1ヶ月	1	3	3	0	0	2	4	1	0	0	4	2	1	0	0	1	0	6	0	0	2	4	1	0	0
	2ヶ月	4	2	0	0	0	3	3	0	0	0	2	2	2	0	0	1	2	3	0	0	3	3	0	0	0
	3ヶ月	4	1	0	0	0	1	4	0	0	0	1	2	2	0	0	1	2	2	0	0	3	2	0	0	0
	4ヶ月	0	2	0	4	0	1	4	1	0	0	2	4	0	0	0	1	2	3	0	0	1	5	0	0	0

表 12 熟成 3ヶ月目の対照区、試験区の一般成分分析結果(製造規模仕込試験)

	水分	総窒素	塩分	pH	アルコール	ホルモール窒素	水溶性窒素	水分活性	色調		
	(g/100g)	(g/100g)	(g/100g)		(g/100g)	(g/100g)	(g/100g)		Y%	x	y
対照区	50.39	1.854	12.42	5.05	1.268	0.351	1.067	0.795	14.4	0.462	0.395
試験区	47.13	2.076	9.27	5.08	1.255	0.406	1.166	0.819	13.7	0.468	0.396

2) 香気成分分析

試験区及び対照区の熟成3ヶ月目の味噌のHSGC結果を図7に示す。これより、ピークの大きさに違いは見られるものの、ピークの数や位置はほぼ一致することから、対照区と試験区の味噌は香りの質が類似していることが考えられた。

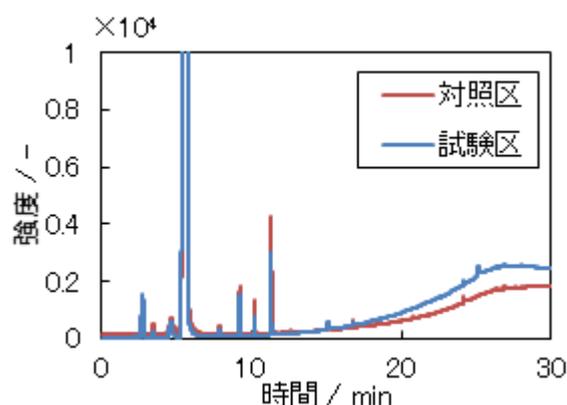


図7 製造規模仕込試験味噌(3ヵ月目)のHSGC結果

3) 味評価装置による評価

試験区及び対照区の熟成3ヶ月目の味噌について味評価装置で評価し、得られたデータのPCA結果を図8に示す。

第一主成分(PC1)では対照区と試験で重なりが見られ、かつ寄与率が89.8%であることから、試験区と対照区の味のバランスが類似していることが分かった。

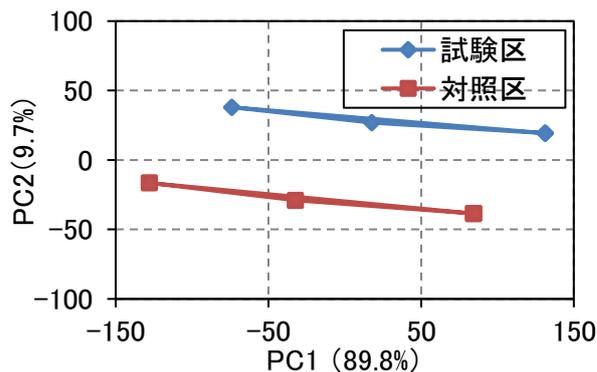


図8 製造規模仕込試験味噌(3ヵ月目)のPCA結果

3.6 保存試験

味噌組合では平成20年度に保存温度5℃、20℃、30℃での品質保存試験を実施しており、その結果、保存温度5℃では一般成分、色に大きな変化は認められていないと報告している⁸⁾ことから、本試験では保存温度5℃の味噌を対照として比較を実施した。

1) 官能評価

保存期間4ヶ月目までの官能評価結果を表11に示す。3ヶ月目までは、各項目での評価は同等以上となっているものの、保存温度20℃では4ヶ月目に色の項目において「やや悪い」という評価が最も多くなった。一般成分分析の結果(表13)、保存温度20℃で期間が長くなるほどY%(明度)の低下が見られ、これが官能評価の結果につながったものと考えられた。一方で、その他の成分については特に大きな変動は見られなかった。

表13 特性保存試験における、各保存温度の味噌の一般成分分析結果

	開始時	5℃				15℃				20℃			
		1ヶ月	2ヶ月	3ヶ月	4ヶ月	1ヶ月	2ヶ月	3ヶ月	4ヶ月	1ヶ月	2ヶ月	3ヶ月	4ヶ月
水分 (g/100g)	48.21	47.91	48.03	46.46	47.70	48.30	48.18	46.89	48.08	48.42	48.30	47.67	48.48
pH	5.17	5.17	5.09	5.14	5.12	5.15	5.07	5.09	5.07	5.14	5.01	4.99	4.96
アルコール (g)	4.134	3.758	3.428	3.962	3.588	3.370	3.355	4.171	3.764	3.027	3.542	3.671	3.740
アミノ態窒素 (g/100g)	0.411	0.404	0.416	0.407	0.399	0.412	0.419	0.415	0.403	0.410	0.419	0.404	0.402
水溶性窒素 (g/100g)	1.163	1.168	1.179	1.170	1.206	1.174	1.174	1.184	1.224	1.174	1.187	1.192	1.238
水分活性	0.823	0.822	0.822	0.824	0.824	0.822	0.820	0.826	0.824	0.818	0.810	0.826	0.825
Y%	15.0	15.6	14.3	12.8	14.1	14.3	13.3	12.1	11.9	14.1	11.0	8.3	7.4



図9 保存期間4ヵ月目の味噌の外観

一般的にY%は熟成が進むほど低下する傾向があり、保存期間4ヵ月目における各保存温度の味噌の外観(図9)を見ると、20°Cの味噌では実際に熟成が進んでいることが確認できた。

2) 香気成分分析

保存試験における、5°C1ヵ月目および各温度の4ヵ月目の味噌のHSGC結果を図10に示す。5°C1ヵ月目と比較し、ピークの数や位置に違いは見られないが、ピークの高さについては、保存温度が高い味噌において大きくなっていった。このことから、保存温度20°Cにおいては保存中に熟成が進んでおり、保存温度15°Cでは品質特性が保たれ、品質が維持されていることが分かった。

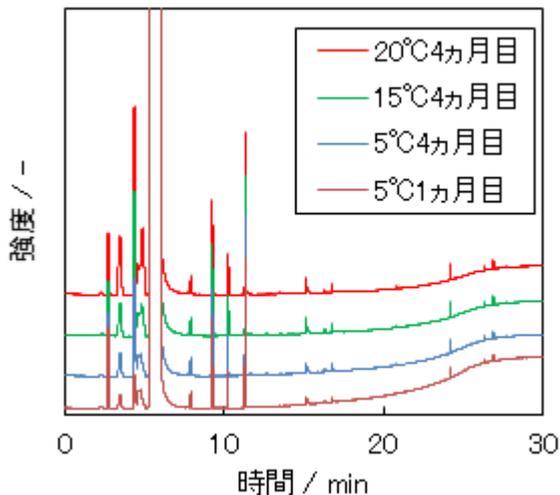


図10 特性保存試験におけるHSGC結果

4. 結言

本研究では、仙台味噌の減塩化に向けプロセスの最適化を行い、以下の様な結果を得た。

(1) 目標塩分を9%としたところ、水分不足により、組成の評価が低かったことから、水分量の最適化を実施し、最適水分量は46%であった。

(2) 宮城県味噌醤油工業協同組合の組合員6社にて、最適化した塩分濃度および水分量で中規模仕込試験を実施し、官能評価および機器分析の結果から、仙台味噌と同等という評価が得られた。

(3) 宮城県味噌醤油工業協同組合の組合員1社にて製造規模仕込試験を実施し、官能評価および機器分析の結果から、仙台味噌と同等という評価が得られ、製造規模でも問題なく製造が可能であることが分かった。

(4) 賞味期限6ヶ月を想定し、保存温度を変えた保存試験を実施したところ、保存期間4ヵ月時点で保存温度20°Cでは保存中に熟成が進んだが、15°Cでは特に大きな変化は見られず6ヵ月までは品質特性が変化しないことが見込まれた。

謝辞

本研究を進めるにあたり、宮城県味噌醤油工業協同組合の高橋清部長を始めとする技術部の皆様、および宮城県みそ技能士会の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, p.374
- 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) 井上裕, 武藤智葉, 嶋崎広典, 村田勇, 木村昌行, 金本郁男, 日病薬誌, 2012, 48(3), p.351-355.
- 7) 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.
- 8) 宮城県味噌醤油工業協同組合技術部, 平成20年度技術指導報告書, p.1-7

【研究報告】

【令和元年度～令和3年度 県単独試験研究】

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, 奥原 秀樹^{*1}, 橋本 建哉^{*2}
食品バイオ技術部, ^{*1}株式会社平孝酒造
(^{*2}現 食産業振興課)

宮城県産業技術総合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。さらに実醸造試験においても安定した発酵性を示し、宮城マイ酵母泡なし株として実用上問題ないことが示された。

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宮城県産業技術総合センターが共同開発した酵母である。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に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¹⁾によって育種した高泡を形成しない宮城マイ酵母泡なし株(MY-3227株)が平成16年に実用化され²⁾、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、優れた特徴を持つ宮城マイ酵母を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特性評価を行った。

2 実験方法

当センターでは、平成26年～30年に配布していたMY-3227株を6株、同株開発時に共に取得した株MY-3201株～MY-3255株を54株保有している。

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、かつ宮城マイ酵母泡なし株として実用に適したものを小仕込試験および実醸造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60株について、総米200g小仕込試験を実施した。対照として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株程度を選抜しこれを選抜株とし、さらに選抜株について同条件で小仕込試験を行った。小仕込試験に使用する酵母の培養には麴エキス培地を使用した。麴エキス培地は、米麴1kgに対し水4L, 塩化カルシウム0.3g, リン酸二水素カリウム3g, 硫酸マグネシウム七水和物1.2gを加えて65℃, 約20時間糖化し、ろ過後に加水してポーメ6.0まで希釈した後、乳酸を用いてpH4.0に調製した。

小仕込試験は難波ら³⁾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、ポーメ6.0, pH4.0の麴エキス培地で20℃, 7日間培養した酵母培養液を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 実醸造試験

総米4kg小仕込試験にて選抜した株について、総米1,700kgの純米酒の実醸造試験を実施した。原料米は精米歩合60%の山田錦を使用した。留仕込時までの仕込配合は表3の通りとし、上槽の際にアルコール濃度が18%を超えないようにする目的で、これに加えMY-3102株のもろみで計120L、MY-3216株のもろみで計205Lをそれぞれ追水した。

表3 実醸造試験の仕込配合

	酒母	添	仲	留	計
総米(kg)	90	250	480	880	1700
掛米(kg)	60	170	380	720	1330
麴米(kg)	30	80	100	160	370
汲水(L)	100	200	610	1330	2240

2.4 成分分析

もろみろ液や上槽後の醸成酒の成分分析は国税庁所定分析法⁴⁾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)及びグルコースCII-テストワコー(富士フィルム和光純薬(株))を用いて測定した。醸成酒の香気成分は(株)島津製作所製ガスクロマトグラフNexis GC-2030(カラム:DB-WAX, キャリアガス:N₂)及びヘッドスペースサンブラHS-20を用いて行い、成分の定量は内部標準法に従った。内部標準液として*n*-アミルアルコールを用いた。

3 実験結果及び考察

3.1 総米200g小仕込試験

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。保有する60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(データ非掲載)。

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4)。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株を選抜し候補株とし、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

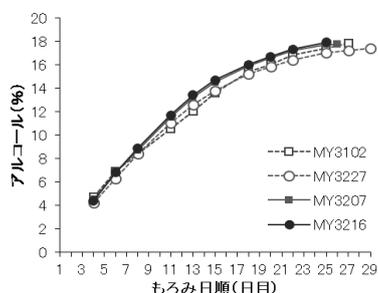
候補株であるMY-3207株及びMY-3216株について、総米4kg小仕込試験を実施した。もろみの成分の推移について、もろみ日数は対照株であるMY-3102株が27日、MY-3227株が29日、候補株であるMY-3207株が26日、MY-3216株が25日となり、候補株2株がMY-3102株より1~2日先行した(図1a)。候補株2株とも酸度は低く推移した(図1b)。アミノ酸度の推移はほぼ同等であったが、MY-3207株は他と比較して上槽直前にアミノ酸度が少し上昇した(図1c)。もろみの酵母密度は候補株2株ともMY-3102株と同等で 2.2×10^8 cells/mL程度であった。もろみ末期に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

表4 総米200g小仕込試験(2段階目)の製成酒の成分

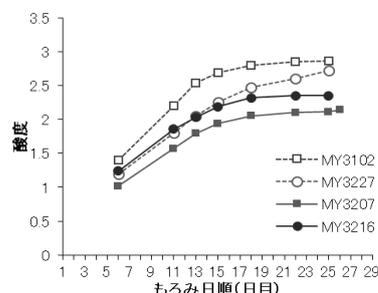
	菌株	もろみ日数 (日)	アルコール (%)	日本酒度	酸度	アミノ酸度	グルコース (%)
対照株	MY-3102	20	18.8	-1.18	2.78	1.37	1.42
	MY-3227	24	18.9	-4.12	2.74	1.50	1.90
候補株	MY-3207	20	19.0	-0.83	2.41	1.40	1.50
	MY-3216	20	19.1	-0.37	2.50	1.30	1.47
	MY-3226	23	18.6	-5.27	2.76	1.39	2.11
	MY-3231	22	18.8	-4.20	2.49	1.38	1.87
	MY-3241	22	19.0	-1.28	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5 総米4kg小仕込試験の製成酒の成分

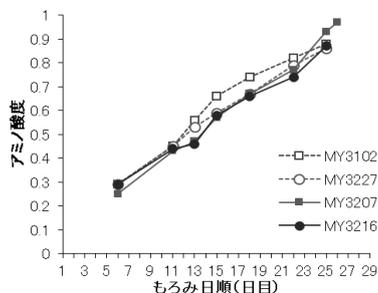
菌株	もろみ日数 (日)	アルコール (%)	日本酒度	酸度	アミノ酸度	グルコース (%)	酢酸エチル (ppm)	イソブチル アルコール (ppm)	酢酸 イソアミル (ppm)	イソアミル アルコール (ppm)	カブロン酸 エチル (ppm)
MY-3102	27	18.1	+4.00	2.92	0.99	0.71	64.83	66.42	2.25	145.87	0.88
MY-3227	29	17.7	-3.72	2.81	0.97	1.18	97.17	70.96	3.16	151.32	1.02
MY-3207	26	17.9	-2.10	2.18	1.02	1.03	91.07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



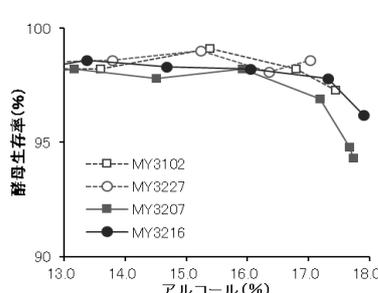
(a) アルコール分



(b) 酸度



(c) アミノ酸度



(d) アルコール分に対する酵母生存率

図1 総米4kg小仕込試験におけるもろみ成分の推移

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1d)。製成酒の成分(表5)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、香り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た。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た。

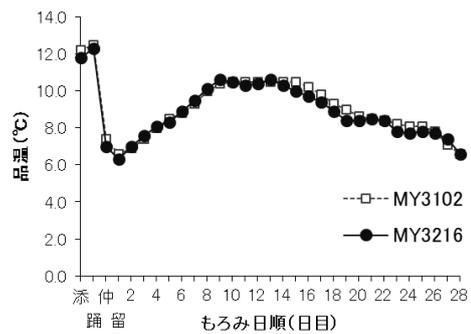
以上の結果より、もろみの発酵が安定しており酸度、アミノ酸度が低く、もろみ末期での酵母生存率が高いMY-3216株を実用候補株とした。

3.3 実醸造試験

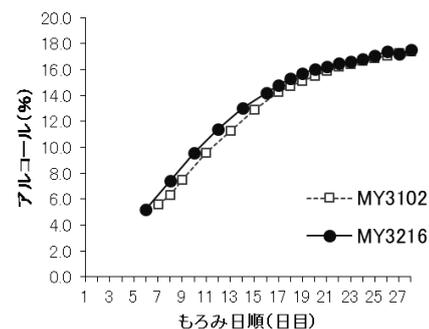
実用候補株MY-3216株と対照株MY-3102株について、総米1,700kgの実醸造試験を実施した。最高品温は10.5℃程度とし、実用候補株及び対照株ともほぼ同様の品温推移にて管理した。もろみ日数はどちらも28日となった。MY-3216株のもろみについては、もろみ全期間において高泡の形成は見られなかった。MY-3102株と比較すると、アルコール分についてはもろみ期間前半でMY-3216株がやや先行し、もろみ期間を通して酸度は同等からやや低め、アミノ酸度はやや低めに推移した(図2)。もろみの酵母密度はどちらも $2.2 \sim 2.3 \times 10^8$ cells/mL程度で推移し、もろみ末期における酵母の生存率は共に97%程度であった。アミノ酸度の推移についても、本試験のアルコール濃度18%を超さない条件においては、もろみ末期において酵母の死滅によるアミノ酸度の上昇は観察されず、安定した発酵性を示した。

製成酒の成分としては、アルコール分は同等で、酸度、アミノ酸度ともにやや低くなった。また、香り成分に大きな問題はみられなかった(表6)。

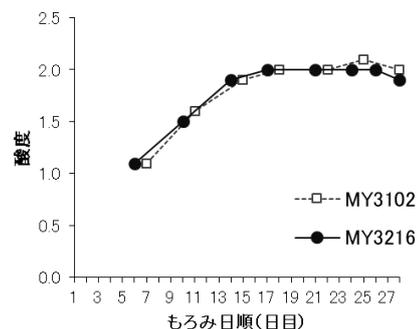
以上の結果より、実醸造試験においても実用上問題ないことが示された。



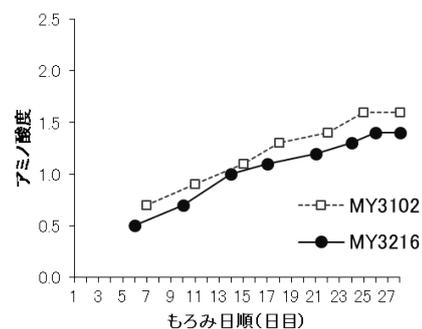
(a) 品温経過



(b) アルコール分



(c) 酸度



(d) アミノ酸度

図2 実醸造試験におけるもろみ成分の推移

表6 実醸造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	カプロン酸
							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	28	17.6	+2.07	2.12	1.58	1.70	86.70	80.66	3.67	176.31	1.02
MY-3216	28	17.7	+2.00	1.99	1.45	1.41	92.88	81.71	2.94	163.81	0.98

4 結言

平成26年～平成30年に配布していたMY-3227株と、同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、実醸造試験を経て、MY-3216株を選抜した。MY-3216株はもろみ全期間を通して泡なしの形質であり、低温発酵性が良好で、酸度やアミノ酸度が低い傾向がみられ、宮城マイ酵母の優れた特徴を有することが示された。

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。また、本研究の実醸造試験は(株)平孝酒造との共同研究として実施されました。

記して感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 布川 弥太郎, 堀越 直樹, 大内 弘造. *Saccharomyces*属酵母菌細胞のFroth Flotationと実用的分類との関係について. 日本醸造協会誌. 1972, 67(11), p. 968-971
- 2) 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.
- 3) 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.
- 4) 国税庁. 国税庁所定分析法(令和2年6月24日付一部改正)

【研究報告】

【令和元年度～令和3年度 県単独試験研究】

酒米新品種「吟のいろは」(系統名:東北酒218号)の普及と県内産酒造用原料米の品質調査 — 清酒製造技術の高度化 —

稲生 栄子, 瀬尾 直美^{*1}, 有住 和彦, 石川 潤一, 吉村 緑, 橋本 建哉^{*2}

食品バイオ技術部

(^{*1}現 北部地方振興事務所, ^{*2}現 食産業振興課)

県産清酒の高品質化および多様化を目的に, 新たな酒米品種「吟のいろは」(令和2年2月品種登録出願公表。系統名:「東北酒218号」)を含めた県内産酒造用原料米の酒造特性等について調査を行った。

さらに, 栽培時の気象条件と県内産酒造原料米の酒造特性との相関調査等を行ったところ, 出穂後1か月間の平均気温が高温傾向の場合, 酒造原料米が溶けにくくなる傾向が確認された。

また, 清酒醸造 において重要な分析項目である吸水性試験について, 既存の分析法より詳細な条件で試験を実施した結果, 吸水開始後1分から10分の吸水速度に品種間差がみられ, これは各品種の心白の形状等によるものと推察された。

キーワード: 清酒, 酒造原料米, 吸水特性, 吟のいろは

1 緒言

近年, 宮城県では清酒出荷量に占める特定名称酒(吟醸酒, 純米酒, 本醸造酒)の割合は 90%以上となっている¹⁾。また世界的にも日本酒への注目度が高まる中, 各酒造メーカーの売れる酒造りを継続的に支援していくためには, 県産清酒のさらなる品質向上・多様化を目指した技術開発が重要である。

そこで, 本研究では県産清酒の高品質化を目的に, 新たな県産酒米品種「吟のいろは」を含めた県内産酒造用原料米の酒造特性等について調査を行った。

2 酒米分析値と気象データとの関連

2.1 目的

当センターでは, 酒造用原料米(以下, 原料米)については, 毎年度, 県産原料米の酒造用原料米全国統一分析法(以下, 全国統一分析法)²⁾に基づく分析を実施し, 酒造組合主催の講習会等において酒造メーカーに対してその年の原料米の酒造適性について情報提供を行うとともに, データを蓄積してきた。

原料米の酒造特性は, イネ栽培時の気象条件によって変動し, 特に清酒もろみ管理において重要な米の消化性はイネ登熟期に当たる出穂後 1 か月の平均気温と高い相関があることが報告されている³⁾。

そこで, 県産米の酒造特性予測情報発信の一助とし, また, 原料米の高品質化に向けた基礎資料とするため,

過去に行った酒米分析の結果と気象データとの関連について調査を実施した。

本研究では, 本県育成の主要な原料米である 4 品種「吟のいろは」, 「蔵の華」, 「ひとめぼれ」及び「ササニシキ」を調査対象とした。このうち「蔵の華」は 1997 年に育成された本県最初の酒造好適米品種であり⁴⁾, 「吟のいろは」は, 2020 年に約 20 年ぶりに育成された新たな酒造好適米品種である⁵⁾。「ひとめぼれ」は平成 3 年(1991)に育成された極良食味品種で, 古川らは 2007~2009 年産の主要な食用米及び酒造好適米品種について食味評価と酒質の調査を行い, 産年を問わず食味と酒質ともに優れた品種であると報告している⁶⁾。「ササニシキ」は 1963 年に育成された銘柄品種で, 良食味米として定評がある一方, 原料米としては蒸米が多少粘る傾向にあり, 麴の破精込みの段階で硬化しやすく, 製麴しにくいとされている⁷⁾が, 今日においても酒造原料米として使用されている。

本研究では, 平成 17 年度から令和 3 年度までの 17 年間に行われた酒米分析データと出穂後 1 か月の平均気温との相関について検討した。

2.2 調査方法

2.2.1 出穂後 1 か月の平均気温

平成 17 年度から令和 3 年度における農業地帯別の出穂始期, 出穂盛期及び出穂終期(宮城県農政部みやぎ米推進課調べ)に基づき, 気象庁アメダスデータ⁸⁾

から、最寄りの観測地点における各年の出穂後 30 日間の日平均気温を入手し、出穂後 1 か月の平均気温を算出した。

2.2.2 酒米分析データ

平成 17 年度から令和 3 年度に当センターで実施した全国統一分析法による酒米分析結果から、主要 4 品種(「蔵の華」,「吟のいろは」,「ひとめぼれ」,「ササニシキ」)のデータを抽出し、各年度の分析値について、平均値を算出した(「吟のいろは」のみ令和元年度から令和 3 年度の 3 年分)。

2.2.3 原料米の概況

酒米分析データ、水稻の生育・出穂・刈取状況(宮城県農政部みやぎ米推進課調べ)等に基づき、当センターが取りまとめた平成 17 年から令和 3 年産酒造原料米の千粒重、粒の大きさ、粒揃い、溝、精米時間、除芽・除溝、割れ、吸水及びもろみにおける米の溶けやすさの概況について一覧に整理した。

2.3 結果および考察

奥田らは、出穂後 1 か月間の平均気温と消化性試験(Brix 値)の間には明確な相関がみられるとし、その要因について、出穂後の気温により米粒内デンプンを構成するアミロース含量、アミロペクチン側鎖構造が変化し、高温年には、出穂後の高温によりアミロペクチン含量が増加し、また、アミロペクチン側鎖の長鎖/短鎖比が高く(長く)なることで、消化性が低くなると推察している³⁾。

そこで、平成 17 年度～令和 3 年度産米を用い、出穂後 1 か月(31 日)間の平均気温と米の消化性との相関について検討した。

出穂後 1 か月の平均気温(表 1)および原料米の概況(表 6)によれば、原料米の概況における評価は、概ね 8 地点の平均が 25℃を超えた年度(平成 22 年: 26.2℃, 平成 24 年:25.2℃, 令和元年:24.9℃, 令和 2 年:25.5℃)に「溶けにくい」となっており、気象条件からの予想と一致した。

酒米分析値を用いた消化性 Brix 値との相関については、過去の酒米分析データと当時の気象データから、出穂後 1 か月間の平均気温が最も高温であった平成 22 年、次いで高温であった平成 24 年については、消

化性 Brix 値は低く、米が溶けにくかったことが推察された。一方、同じく高温傾向であった令和元年度にも Brix 値は低くなると予想されたが、高めの値となった(表 3～6)。

奥田らは、消化性試験との相関が見られるのは、消化性試験における気中老化条件を「15℃, 24 時間」とした場合であり、全国統一分析法にある「15℃, 3 時間」とした場合は老化が不十分となること等から明確な相関が得られないことを指摘している³⁾。

なお、消化性試験では、試験条件「15℃, 3 時間」は初期のもろみの状態を、「15℃, 24 時間」条件は後期のもろみの状態を反映すると言われている。本研究においては、試験方法は全国統一分析法に準拠しているため気中老化時間を 3 時間としている。そのため高温年においても高い Brix 値となった可能性も考えられ、気象条件と消化性の相関を検討するためには、全国統一分析法における試験条件等についても検討する必要があると考えられた。

表1 各アメダス地点における農業地帯別出穂後1か月間の平均気温

年度	アメダス地点								8地点平均
	南部		中部		北部		東部		
	蔵王	名取	仙台	古川	米山	築館	石巻	気仙沼	
H17	-	24.1	24.2	23.7	23.8	23.6	23.8	23.5	23.8
H18	23.2	24.0	24.2	23.7	23.8	23.6	23.6	23.0	23.6
H19	23.3	24.5	24.7	23.7	24.0	23.8	24.1	23.4	23.9
H20	21.9	22.7	22.6	22.2	22.4	22.4	22.3	20.5	22.1
H21	21.8	22.6	22.6	21.5	22.0	21.6	22.0	21.0	21.9
H22	26.1	26.5	27.2	26.2	26.4	26.3	25.7	25.5	26.2
H23	24.0	23.9	25.3	24.1	24.4	24.3	24.4	23.4	24.2
H24	24.9	25.4	26.1	25.0	25.5	25.3	25.2	24.3	25.2
H25	24.2	25.2	25.8	24.3	24.7	24.3	24.7	23.7	24.6
H26	23.2	23.5	24.1	23.3	23.6	23.4	23.4	22.9	23.4
H27	23.6	24.3	24.8	24.1	24.3	24.0	23.9	23.3	24.0
H28	24.0	25.2	25.7	23.8	24.0	24.5	24.5	23.6	24.4
H29	22.1	22.6	22.8	22.2	22.5	22.1	22.2	21.0	22.2
H30	24.2	24.5	24.9	23.8	24.1	23.8	23.9	23.0	24.0
R1	24.5	25.4	26.1	25.0	25.6	24.8	24.3	23.5	24.9
R2	23.9	26.1	26.7	25.6	25.9	25.5	25.5	24.5	25.5
R3	23.7	24.6	24.9	23.6	24.4	24.0	23.2	22.8	23.9

* 出穂期: 出穂済みの面積割合が50%に達した日



表2 宮城県産「蔵の華」の酒米分析結果(平成17年～令和3年)

年度	試料数	玄米	白米	精米歩合(%)			碎米率 (%)	吸水率(%)		吸水性 (120/20)	消化性		粗タンパク質 (%)
		千粒重 (g)	千粒重 (g)	見かけ	真	無効		20分	120分		Brix (%)	F-N (ml)	
H17	N=2	23.7	17.5	70.6	73.9	3.3	8.2	22.0	26.8	1.2	9.1	0.7	5.7
H18	N=3	23.4	16.8	69.8	71.8	2.0	5.2	22.7	28.7	1.3	8.3	0.8	4.1
H19	N=6	23.2	17.0	70.3	73.6	3.4	4.7	23.3	29.5	1.3	7.7	0.6	5.0
H20	N=1	25.1	19.1	70.8	76.0	5.2	4.4	19.6	29.2	1.5	8.0	0.6	4.4
H21	N=2	24.4	17.6	69.6	72.2	2.5	6.4	24.7	29.7	1.2	8.1	0.6	3.3
H22	N=3	23.9	17.3	69.9	72.4	2.5	5.0	24.1	29.3	1.2	6.7	0.6	3.9
H23	N=1	23.8	17.3	70.2	72.8	2.6	3.1	23.5	29.1	1.2	8.9	1.0	7.4
H24	N=3	24.6	17.9	70.4	72.7	2.3	3.7	24.3	29.4	1.2	7.2	0.8	5.4
H25	N=3	23.6	17.0	70.5	72.1	1.6	3.8	24.4	29.4	1.2	9.6	0.7	4.3
H26	N=2	24.5	17.8	70.4	72.6	2.2	6.9	24.0	30.6	1.3	8.3	0.7	4.1
H27	N=3	24.9	18.2	69.7	73.1	3.4	9.3	24.0	31.1	1.3	9.1	0.8	3.9
H28	N=4	25.0	18.3	70.2	73.4	3.3	11.5	22.4	28.2	1.3	8.4	0.7	4.9
H29	N=11	24.4	18.3	70.4	75.1	4.7	11.8	22.0	28.7	1.3	8.1	0.6	4.4
H30	N=6	25.0	18.0	70.3	72.2	1.9	5.2	23.2	28.1	1.2	8.0	0.7	4.8
R01	N=16	24.2	17.5	70.3	72.2	2.0	5.1	23.2	27.9	1.2	9.2	0.9	4.8
R02	N=20	23.9	17.5	70.1	73.4	3.3	10.7	22.7	27.7	1.2	8.5	0.8	5.0
R03	N=16	25.1	18.4	70.0	73.1	3.1	10.4	23.0	27.0	1.2	7.9	0.6	4.7

表3 宮城県産「吟のいろは」の酒米分析結果(令和元年～令和3年)

年度	試料数	玄米	白米	精米歩合(%)			碎米率 (%)	吸水率(%)		吸水性 (120/20)	消化性		粗タンパク質 (%)
		千粒重 (g)	千粒重 (g)	見かけ	真	無効		20分	120分		Brix (%)	F-N (ml)	
R01	N=12	25.9	18.8	70.0	72.6	2.7	3.8	28.1	28.8	1.0	12.0	0.9	4.7
R02	N=14	25.3	18.6	70.0	73.7	3.8	7.9	28.1	28.9	1.0	10.9	0.8	4.5
R03	N=16	27.6	20.8	70.0	75.1	5.1	13.1	27.1	27.7	1.0	10.6	0.7	4.5

※ 令和元年是命名前のため、「東北酒183号」

表4 宮城県産「ひとめぼれ」の酒米分析結果(平成17年～令和3年)

年度	試料数	玄米	白米	精米歩合(%)			碎米率 (%)	吸水率(%)		吸水性 (120/20)	消化性		粗タンパク質 (%)
		千粒重 (g)	千粒重 (g)	見かけ	真	無効		20分	120分		Brix (%)	F-N (ml)	
H17	N=2	21.4	15.4	70.8	72.1	1.4	3.7	21.5	27.7	1.3	10.8	0.7	6.3
H18	N=2	22.3	15.9	70.4	71.1	0.8	1.5	24.7	30.9	1.3	10.3	0.9	4.7
H19	N=5	21.5	15.6	70.1	72.3	2.2	3.3	25.3	31.3	1.2	9.4	0.6	5.1
H20	N=1	23.1	17.6	70.4	76.1	5.6	18.9	24.9	31.9	1.3	9.9	0.9	5.4
H21	N=3	22.4	16.3	70.3	72.8	2.4	3.5	24.0	30.6	1.2	8.8	0.7	3.6
H22	N=3	22.6	16.0	70.3	70.9	0.5	2.8	23.7	29.7	1.3	8.1	0.7	3.4
H23	N=1	21.8	15.7	70.2	72.1	1.8	2.1	26.9	32.4	1.2	9.8	0.6	4.3
H24	N=3	21.8	15.6	70.7	71.8	1.0	1.9	23.9	31.0	1.3	8.5	0.8	5.1
H25	N=3	21.2	15.1	70.1	71.3	1.2	2.9	26.1	31.6	1.2	10.9	0.7	3.9
H26	N=2	22.0	15.8	70.7	71.9	1.2	3.1	23.8	32.4	1.4	9.2	0.8	4.2
H27	N=2	22.3	16.4	70.6	73.1	2.5	6.6	26.8	32.3	1.2	10.4	0.8	4.0
H28	N=4	21.7	15.7	70.5	72.4	1.8	6.4	22.7	30.2	1.3	9.0	0.7	4.5
H29	N=4	22.1	16.5	70.4	74.4	4.1	7.6	22.0	29.9	1.4	8.6	0.7	4.4
H30	N=2	21.7	15.6	70.2	71.9	1.7	1.9	23.4	29.4	1.3	9.0	0.9	4.4
R01	N=0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
R02	N=3	21.0	15.2	70.3	72.3	2.0	5.1	24.8	29.7	1.2	10.1	0.8	4.5
R03	N=3	21.9	15.7	69.9	71.8	1.9	3.9	24.0	28.6	1.2	9.8	0.7	4.3

表5 宮城県産「ササニシキ」の酒米分析結果（平成17年～令和元年）

年度	試料数	玄米	白米	精米歩合 (%)			碎米率 (%)	吸水率 (%)		吸水性 (120/20)	消化性		粗タンパク質 (%)
		千粒重 (g)	千粒重 (g)	見かけ	真	無効		20分	120分		Brix (%)	F-N (ml)	
H17	N=1	20.6	14.6	70.3	71.1	0.8	3.4	18.5	26.3	1.4	8.8	0.9	5.6
H18	N=2	20.7	14.5	70.0	70.3	0.3	1.6	25.3	30.2	1.2	9.8	0.9	4.4
H19	N=2	20.8	15.0	70.3	72.1	1.8	5.7	26.6	30.0	1.1	10.0	0.7	5.1
H20	N=1	22.3	16.7	70.2	74.3	4.1	2.1	20.4	28.8	1.4	8.9	0.5	4.4
H21	N=3	21.3	15.8	69.8	74.1	4.3	4.9	24.5	30.4	1.2	8.7	0.7	4.0
H22	N=4	21.8	15.4	70.1	70.8	0.6	2.0	27.3	29.8	1.1	8.1	0.7	3.0
H23	N=3	21.0	15.4	70.0	73.3	3.3	2.0	27.8	31.4	1.1	9.6	0.7	4.8
H24	N=2	21.4	15.3	70.3	71.6	1.3	3.5	24.4	30.3	1.2	8.2	0.7	4.6
H25	N=1	20.1	14.0	69.0	69.6	0.5	1.0	26.6	32.5	1.2	10.3	0.9	4.2
H26	N=2	21.6	15.8	70.5	73.3	2.8	3.6	24.4	31.5	1.3	9.1	0.8	4.7
H27	N=1	21.5	15.4	68.8	71.4	2.7	7.3	28.7	31.6	1.1	10.9	0.8	3.9
H28	N=2	21.2	15.4	70.5	72.6	2.1	5.7	25.0	29.3	1.2	9.1	0.6	3.9
H29	N=6	21.5	15.9	70.5	74.0	3.6	8.8	22.4	29.2	1.3	8.5	0.6	4.7
H30	N=0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
R01	N=3	19.6	14.5	70.2	74.6	4.5	4.6	26.2	28.0	1.1	10.5	1.0	5.0
R02	N=3	20.1	14.4	70.3	71.9	1.6	4.4	25.8	29.1	1.1	10.1	0.8	4.4
R03	N=2	21.9	16.1	70.0	73.3	3.3	5.1	23.1	28.0	1.2	9.5	0.8	4.7

表6 宮城県産原料米の概況（平成17年～令和3年）

粒の大きさ	粒揃い	溝	精米時間	除芽・除溝	割れ	吸水	もろみ	「ひとめぼれ」 1等米比率*1 (%)
H17	平年並		平年並	平年並			溶ける	77
H18	平年並	ロットにより悪い	比較的浅い	平年並	良好	ロットにより多	早め 溶ける	92
H19	平年並		比較的浅い	平年並～やや長め	平年並	あり	早め～平年並 溶ける	93
H20	やや大きめ		平年並～やや長め	平年並	ロットにより多	平年並	溶ける	82
H21	平年並～やや小さめ		平年並～やや長め	平年並	ロットにより多	やや早い	溶ける	94
H22	平年並～やや小さめ	深め	平年並～やや長め	溝残る	比較的多	遅い	溶けにくい	78
H23	平年並		早め～平年並	平年並	ロットにより多	平年並	やや溶けにくい～溶け	87
H24	平年並～やや小さめ		平年並	平年並～やや長め	平年並	ロットにより多	遅い 溶けにくい	90
H25	やや小さめ		比較的浅い	平年並～やや長め	良好	少	早め～平年並 溶ける	96
H26	平年並～やや大きめ		比較的浅い	平年並	良好	比較的小	早め～平年並 溶ける	95
H27	平年並	悪い	平年並	平年並	ロットにより多		溶ける	88
H28	平年並	悪い	平年並～やや長め	平年並	ロットにより多		溶ける	93
H29	平年並～やや小さめ	悪い	深め	早め～平年並	溝残る	多い	溶ける	88
H30	平年並～やや小さめ	良い		早め～平年並	良好	少	平年並～低め 溶ける～溶けにくい	94
R01	小さい	悪い		早め～平年並	平年並	ロットにより多	平年並 溶けにくい	62
R02	小さい	ロットにより悪い		平年並み～やや短め	平年並	ロットにより多	平年並み 溶けにくい	93
R03	大きめ	良い		平年並み	良好	やや少なめ	早め 平年並	95

*1 農林水産省「米の検査結果」（小数点以下は四捨五入）

3 酒造原料米の吸水特性試験

全国統一分析法における分析項目のうち清酒醸造過程において特に重要な項目とされる吸水性試験について、より詳細に経時変化を追った。

同試験法においては、白米の吸水性を、浸漬時の吸水速度と最大吸水量の2者を示す目的で浸漬後20分及び120分後の吸水率を測定することとされている。しかし、主な酒造好適米では、浸漬20分後には既に最大吸水量に近い状態となっているため、この条件のみでは品種ごとや年次間における吸水性の違いを評価することが難しかった。

そこで、吸水性の品種間差について検討することを目的として、試験条件の浸漬時間に、1分、3分、10分、30分の4条件を加え、詳細な吸水性試験を実施した。

3.1 試験方法

吸水特性の品種間差について検討するため、県内産米を中心に令和3年産酒造原料米9品種を用い、吸水性試験を行った。

試験条件は全国統一分析法に準じて行った。吸水管(ステンレス製、φ26×L49mm, 61穴)に精米歩合70%に精米した白米10gを入れ、15℃の蒸留水を一定時間吸水させた後、多本架卓上遠心機(日立製 HIMAC CT5L)を用いて3,000rpm10分間処理し、米表面の水を脱した後、重量を測定し、吸水率を求めた。

吸水時間は、1、3、10、20、30、120分間の6条件とした(全国統一分析法の試験条件は20、120分間の2点)。

浸漬時間を正確にとるため、吸水は個別の小容器ではなく、15℃の蒸留水約1Lを入れたステンレス製を用い、複数個の吸水管を一度に浸漬した。また、浸漬終了から脱水開始までの時間が最短となるよう、ステンレス製容器を入れた恒温水槽を遠心分離機に隣接した形で設置した。

供試品種:9品種

「吟のいろは」「蔵の華」「美山錦」「ひとめぼれ」

「ササニシキ」「まなむすめ」「トヨニシキ」

(以上、宮城県産)

「五百万石」(新潟県産)

「山田錦」(兵庫県産)

3.2 結果と考察

供試した9品種すべてにおいて、それぞれ3本の直線で近似可能な吸水パターンが観察された(図1)。

- ・第1段階：吸水開始～1分後
- ・第2段階：吸水開始1分後～10分後
- ・第3段階：飽和直前～飽和

浸漬1分後における吸水率は品種による違いは特にみられず、供試した9品種では全て5.5～6.5%の値となり、浸漬直後の急激な吸水が観察された。浸漬1分後から10分後までは、ほぼ直線的な吸水がみられたが、この直線の傾きは品種によって異なり、これにより品種特性・年次間差等が比較できる可能性が考えられた。酒造好適米以外の「ひとめぼれ」「ササニシキ」「トヨニシキ」「まなむすめ」では、20分後付近で曲線となったが、酒造りで重要となる初期の吸水速度を考える上では、1～10分までの直線部分の傾きが重要と考えられる。

宮城県のオリジナル品種「吟のいろは」と「蔵の華」では、その傾きに顕著な違いがみられ、供試した9品種の中では「吟のいろは」「五百万石」が最も傾きが大きく、「蔵の華」が最も小さかった。「山田錦」は「吟のいろは」よりやや傾きが小さかった。

「吟のいろは」は大きな眼状心白をもち、心白発現率が高く、「蔵の華」は点状心白で心白発現率は低いことから、この傾きの違いは、各品種の心白の形状等によるものと推察された。

今回検討した吸水時間条件では、浸漬1分後から10分後までの吸水速度が最もよく品種ごとの特性を表していると考えられ、浸漬後1分から10分間の吸水速度を用いることで各品種の吸水特性を把握できると推察された。なお、装置の配置条件等により浸漬後1分時点の吸水量の測定が難しい場合は、一律6%としても実用上問題ないことが示唆されたが、これについては、今後さらに検討したい。

一般的に、米の吸水特性については、シグモイド型の曲線で表現される⁹⁾が、実用的には浸漬開始後1分から10分までの吸水速度を直線で近似することで、より簡便に必要な吸水量、吸水時間を求めることができると考える。

現在、酒米研究会では、全国統一分析法において吸水性試験に短時間吸水条件を加えることの妥当性について検討されており(「第47回酒米研究会」議事録:非公表)、10分間吸水条件の追加(あるいは20分間吸水条件への置換え)の検討を提案していきたいと考えている。

加えて、酒造好適米新品種の選抜条件を考える上では、線状心白をもつ「山田錦」のような吸水特性が求められるが、例えば今後の品種選抜において、千粒重、心白発現率等の分析値に加え、「山田錦に似た吸水速度」という条件を加えることで、より効率的な品種選定ができる可能性も示唆された。

4 吸水性の年次間差

令和元年～令和3年産の米を用い、吸水速度の年次間差について検討した。吸水速度に大きな違いのみられた、県オリジナル品種の「吟のいろは」と「蔵の華」の2品種を供試した。

4.1 試験方法

試験条件は、3.1に準じて行った。

供試品種：

「吟のいろは」 R1:8点, R2:9点, R3:10点

「蔵の華」 R1:8点, R2:9点, R3:10点

吸水時間：

「吟のいろは」 3分または5分, 10分

「蔵の華」 3分または5分, 10分, 20分

4.2 結果および考察

各年次の試料について平均値をとり比較したところ、令和元年度から令和3年度の3年の試料については、浸漬後10分時点の傾きはほぼ同じであり、供試した2品種において大きな年次間差はみられなかったが、いずれの品種も3年間のうち最も高温となった令和2年産米でグラフの傾きが小さく、吸水性が低い傾向が見られた(図2)。

今回、気象条件と米の溶解性 Brix 値との相関について、割れ米の発生による吸水速度の上昇による Brix 値の上昇を仮定し、「吟のいろは」「蔵の華」の2品種について、令和元年度から3年度の原料米を用いて吸水速度の年次間差について検討したが、Brix 値の差ほど吸水速度の年次間差はみられず、吸水速度の上昇では説明できない結果となった。シャーレに白米と水を入れて吸水による割れを目視確認したが、割れ米は令和3年度の米試料で多くなり(データ省略)、目視でも割れ米による影響は判然としなかった。70%精米での結果であり、精米歩合等による違いも考慮する必要があること等から、これについては、さらに試験条件等を増やし

て検討していきたい。

また、消化性試験については、近年、蒸し米酵素法に替わる試験として注目されているアルカリ崩壊試験¹⁰⁾について検討している県・団体もあり、酒米研究会でも導入の有無について検討されていることから、今後、アルカリ崩壊試験についても検討していく予定としている。

この試験は、アルカリ溶液中で米粒中のデンプンの分子間及び構造水の水素結合が破壊されることにより糊化が促進される性質を有することを利用し、米粒を KOH 等のアルカリ濃度を段階的に変えた溶液に浸漬し、米粒が崩壊する下限濃度を判定することにより、定量的な蒸米酵素消化性を推定する試験法で、測定条件等の検討がすすめられている。

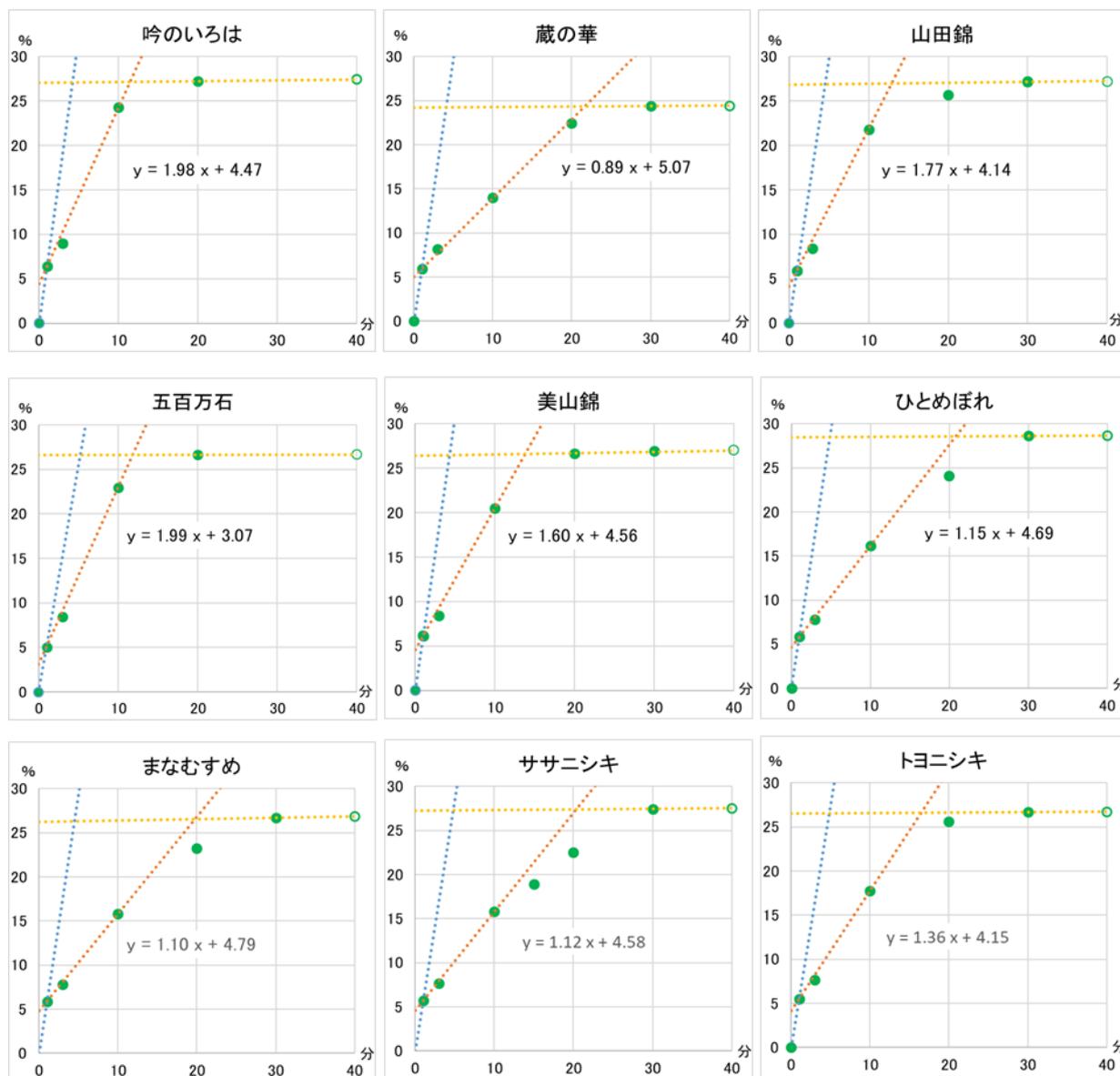


図1 供試9品種における吸水試験結果

- 吸水開始 ～ 1分後 の近似線
- 吸水開始1分後 ～ 10分後 の近似線とその数式
- 飽和直前 ～ 飽和 の近似線

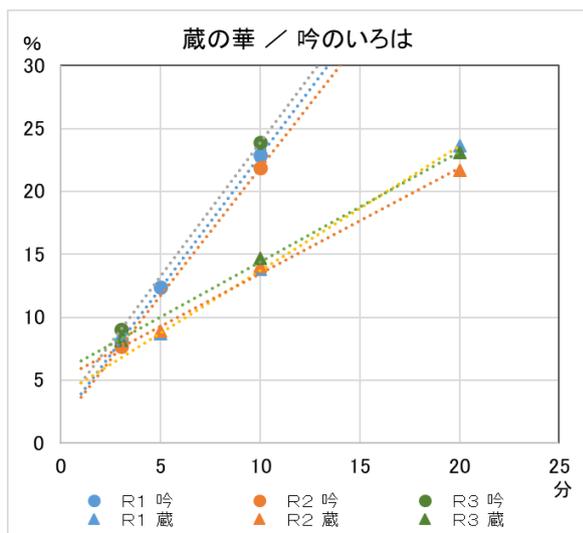


図2 「吟のいろは」, 「蔵の華」の吸水性年次間差

5 結言

本報では、県内産酒造用原料米の酒造特性と気象条件の関係等について調査を行い、また、吸水特性について全国統一分析法をより詳細な吸水時間設定とした試験を行い、下記の結果を得た。

(1) 県内産酒造用原料米の酒造特性と気象条件の関係調査の結果、出穂後1か月間の平均気温が高温傾向の場合、酒造原料米が溶けにくくなる傾向が確認されたが、米の割れやすさ等についての考慮、消化性の試験方法の検討等も必要と思われた。今後、米の溶解性について気象条件との相関を解析するためには、従来の酒米分析結果のほか、米の状態の詳細な観察、吸水割れ度合いの分析に加え、精米・酒造業者からの聞き取り調査を実施する等、総合的に判断を行う必要があることが示された。

(2) 全国統一分析法をもとに、より詳細に吸水時間を設定した吸水性試験を実施した結果、特に浸漬開始後1分から10分後までの吸水速度に品種間差が見られ、これは各品種の心白の形状等によるものと推察された。

(3) 吸水性の年次間差をみるため、「吟のいろは」及び「蔵の華」について、令和元年度から令和3年度産米について、浸漬3分(あるいは5分後)後から10分後の吸水速度を測定したところ、両品種とも高温年となった令和2年産米で吸水速度が低くなったが、3年間で大きな差はみられなかった。この3年については、特に低温となった年もなかったため、今後、データを増やして検討する必要がある。

謝辞

本研究を進めるにあたり、宮城県酒造組合、宮城県古川農業試験場、宮城県農政のみやぎ米推進課、宮城県美里農業改良普及センター、宮城県気仙沼農業改良普及センターにご協力をいただいた。ここに謝意を表す。

参考文献

- 1) 国税庁.清酒の製造状況等について(令和2酒造年度)
<https://www.nta.go.jp/taxes/sake/shiori-gaikyo/seizojokyo/2020/pdf/001.pdf>
- 2) 標準分析法注解編集委員会編:酒類総合研究所標準分析法注解, 公益財団法人日本醸造協会, (2017), p7-44
- 3) 奥田将生, 橋爪克己, 沼田美子代, 上用みどり, 後藤奈美, 三上重明:気象データと原料米の酒造適性との関係, 日本醸造協会誌, (2009), 104 巻 9 号, p. 699-711
- 4) 松永和久, 佐々木武彦, 永野邦明, 岡本英治, 阿部眞三, 植松克彦, 狩野 篤, 滝沢浩幸, 早坂浩志, 薄木茂樹, 黒田倫子, 千葉文弥:水稲新品種「蔵の華」について, 宮城県古川農業試験場研究報告, (2002), p69-83
- 5) 遠藤貴司, 永野邦明, 佐々木都彦, 千葉文弥, 我妻謙介, 早坂浩志, 佐伯研一, 佐藤浩子, 酒井球絵, 中込佑介, 石森裕貴, 町直樹, 橋本建哉, 千葉直樹, 小山誠司, 樋口敦, 畑中咲子, 石川潤一, 有住和彦, 瀬尾直美:水稲新品種「吟のいろは」について, 宮城県古川農業試験場研究報告, (2020), p1-25
- 6) 古川幸子, 鈴木啓太郎, 増村威宏, 田中國介, 若井芳則:酒造好適米と良食味米の食味評価と酒質, J. Soc. Brew. Japan. (2014) Vol. 109, p107-117
- 7) 佐藤和男:原料米比較仕込試験(第1報)ササニシキとトヨニシキの比較, J. Soc. Brew. Japan. (1974), Vol. 69, p. 787-7884)
- 8) 気象庁. 過去の気象データ検索.
<https://www.data.jma.go.jp/obd/stats/etrn/index.php>
(令和4年4月22日閲覧)
- 9) 水間智哉:(解説)酒造用原料米の吸水特性の解析, 日本醸造協会誌(2009), 104 巻 5 号, p. 322-330
- 10) 奥田将生, 上用みどり, 福田央:酒造用原料米のアルカリ及び尿素崩壊性による蒸米酵素消化性の推定法, 日本醸造協会誌(2018), 113 巻 5 号, p. 315-330

【研究論文】

【令和元年度～令和3年度 県単独試験研究】

新たな宮城県産酵母の育種 — 清酒製造技術の高度化 —

石川 潤一, 吉村 緑, 瀬尾 直美^{*1}, 稲生 栄子, 有住 和彦
食品バイオ技術部
(*1 現 北部地方振興事務所)

製成酒が酢酸イソアミルを主体とした香りの特徴とする酵母を育種するために宮城マイ酵母を親株として UV 照射による変異誘導を行い、候補菌株を取得した。麹汁培地での増殖能力やマルトースの資化能力などを調査し、数値を Z スコアにより標準化して評価した。小仕込み試験を行う前の選抜手法として、全体を小スケール化したマイクロ小仕込み試験を考案し選抜を行った。

キーワード: 宮城マイ酵母, UV 変異, 酢酸イソアミル, Z スコア, マイクロ小仕込み試験

1 緒言

当センターでは県内の酒類製造業者に培養酵母を有償で配付する培養微生物配付事業を平成 13 年度から継続的に実施している。この事業では当センターで開発し、保有している純米酒用の宮城マイ酵母泡なし株 *Saccharomyces cerevisiae* MY3227 株および MY3216 株など種々の酒造用酵母を配付している。製造業者からは純米吟醸酒用の酵母としてより香りが豊かで扱いやすい酵母を望む声が聞こえてくるが、現状では必ずしもその需要を満たしているとは言えない。

そこで、本研究では宮城マイ酵母泡なし株 MY3227 株および MY3216 株を親株として、醸造特性が良好でかつ、純米酒および純米吟醸酒として好まれる酢酸イソアミルを主体とした豊かな香りを有し、純米酒および純米吟醸酒の製造に適する新たな宮城県産酵母を育種することを目的とした。

2 材料と方法

2.1 供試菌株

本研究で使用した微生物はすべて *S. cerevisiae* であることから、菌株名のみ記載した。育種の親株は、MY3227 株、MY3216 株を選択した。MY3227 株は平成 16 年度から令和 2 年度まで、MY3216 株は令和 3 年度から宮城マイ酵母泡なし株として酒造企業向けに当センターで配付している。

2.2 突然変異株の取得

酵母において、酢酸イソアミルはロイシンとイソアミルアルコールにアルコールアセチルトランスフェラーゼが作用して生成される¹⁾。この経路はロイシンによってフィードバックされて発現抑制されることから、ロイシンのアナログを使用してフィードバックの解除された菌株を育種することにより酢酸イソアミル生成量の多い菌株が取得できることが報告されている。²⁾

突然変異株の取得は紫外線(UV)による変異誘導法³⁾により行った。親株は YPD[1% 酵母エキス{(株)アサヒ飲料製}, 2% Pepton(Becton, Dickinson 製, 米国), 2% グルコース{富士フィルム和光純薬工業(株)製}]培地 10 mL を用いて 30°C, 48 h 培養し, 8,000×g, 15 min にて遠心分離して菌体を得た。菌体はリン酸緩衝液で 2 回洗浄し, 10% グルコース水溶液 10 mL に分散させ, ディスポシャーレに全量に移した。クリーンベンチ内においてシャーレに分散した菌体をゆっくりと攪拌しながら, 40 cm の距離で UV 殺菌灯(GL-15)を点灯させ, 60 sec から 90 sec UV を照射した。UV 照射後, 直ちに菌体を回収して 10⁵ 倍まで段階希釈し, 1 mM 5,5,5-Trifluoro-DL-leucine(Merck 製, ドイツ, 以下, TFL)を添加した DOB 寒天培地[2% グルコース, 0.17% Yeast nitrogen base(Becton, Dickinson 製), 0.5% 硫酸アンモニウム{和光純薬工業(株)}, 2% 寒天{和光純薬工業(株)製}]を選抜培地として播種した。30°C で 1 週間程度培養後, コロニーが出現したシャーレから順次回収し, 釣菌した。釣菌した菌株は一時的に選抜培地上に保存し, 同培地を

用いて画線培養を 2 回繰り返してコロニーを単離した。単離したコロニーは、Potato dextrose agar (Becton, Dickinson 製) 培地に穿刺して保存し、これを候補菌株とした。

2.3 選抜

2.3.1 エタノール麴汁培地における増殖性

麴汁は市販の麴 6 kg に水 14 L を添加して 55°C, 24 h 加熱し、No.101 のろ紙[東洋濾紙(株)製]を用いて濾過し、リン酸二水素カリウム[食品添加物, 和光純薬工業(株)製]12 g, 硫酸マグネシウム[食品添加物, 和光純薬工業(株)製]4.8 g, 塩化カルシウム[食品添加物, 和光純薬工業(株)製]1.2 g を添加し、乳酸[食品添加物, 和光純薬工業(株)製]を用いて pH 4.0 に調整したものをを用いた。滅菌した 96well マイクロプレート (Nunc 製) の各ウェルに、比重 12 Bh に調整して 5 v/v % になるようにエタノールを添加した麴汁 (以下、エタノール麴汁培地) を 150 μ L ずつ分注し、YPD で 20°C, 1 週間前培養した候補菌株培養液を 10 μ L ずつ分注して植菌した。マイクロプレートをインキュベーター内で 20°C, 1 週間保持した。培養開始後 2 日目および 7 日目に各ウェルから 10 μ L ずつ採取し、別のマイクロプレートにサンプリングして蒸留水を用いて 10 倍に希釈し、マイクロプレートリーダー (Spark-20, Tecan 製, スイス)を用いて、600 nm の吸光度から酵母の増殖性を評価した。

2.3.2 マルトース資化性

滅菌した 96 ウェルマイクロプレートの各ウェルに 2% グルコースを 10% マルトース[和光純薬工業(株)製]に置き換えた DOB 培地 (以下、Mal-DOB) を 150 μ L ずつ分注した。これに、YPD で 20°C, 1 週間前培養した候補菌株培養液を 10 μ L ずつ各ウェルに分注して植菌し、このマイクロプレートをインキュベーター内で 20°C, 1 週間保持した。培養開始後 2 日目および 7 日目に各ウェルから 10 μ L ずつ採取し、別のマイクロプレートにサンプリングして蒸留水を用いて 10 倍に希釈した。マイクロプレートリーダーを用いて、600 nm の吸光度から酵母の増殖性を評価し、これをマルトース資化性とした。

2.3.3 酸度・アミノ酸度測定

滅菌した容量 2.2 mL の 96 ディープウェルプレート

(BIO-BIK 製)の各ウェルに、比重 8 Bh に調整した麴汁 (以下、麴汁培地) を 1,200 μ L ずつ分注し、YPD で 20°C, 1 週間前培養した候補菌株培養液を 10 μ L ずつ植菌した。ディープウェルプレートはインキュベーターで 20°C, 1 週間保持し、7 日目に検体として 1.0 mL ずつ採取した。

酸度の測定は国税庁所定分析法に準じ、試料量と水酸化ナトリウム水溶液の濃度をそれぞれ 1/10 にして用いた。すなわち、酸度は採取した検体 1.0 mL に対して N/100 水酸化ナトリウム水溶液[富士フィルム和光純薬工業(株)製]を用いて pH 7.2 を中和点として滴定し、滴定に要した水酸化ナトリウム水溶液の容量(mL)を検体の酸度とした。

2.3.4 香気成分分析

滅菌したウェル容量 2.2 mL の 96 ディープウェルプレート (BIO-BIK 製)の各ウェルに、麴汁培地を 1,200 μ L ずつ分注し、YPD で 20°C, 1 週間前培養した候補菌株培養液を 10 μ L ずつ植菌した。ディープウェルプレートと Aneropack ケンキ[三菱ケミカル(株)製]を嫌気ジャーに入れ、インキュベーター内で 20°C, 1 週間保持し、7 日目に検体として 1 mL ずつ採取した。1 mL 検体と 0.1 mL 内部標準液を 10 mL 容ヘッドスペースバイアル(株式会社島津製作所製)に入れて密栓後、オートクレーブにて 63°C, 60 min 加熱し、室温で冷却した。ヘッドスペース GC 分析は GC-8010[(株)島津製作所製]を用いた。分析条件は表 1 に示した。

表 1 HS-GC 分析条件

検出器	FID
キャピラリーカラム	DB-WAX10m 内径: 0.1 mm 長さ: 10 m 固定相: PEG 膜厚: 0.1 μ m
試料導入部温度	250°C
カラム温度	50°C
検出器温度	250°C
キャリアガス	N ₂ 流量: 6.0 mL 圧力: 60.1 kPa
スプリット比	1 : 50
ヘッドスペース温度	80°C
バイアル保持時間	15 min

2.3.5 マイクロ小仕込み試験

50 mL 容の遠心チューブ(TPP 製)に 1 min 程度ミルで挽いたアルコール脱水麴(A 麴)⁴⁾と乳酸水を混合し、予め麴汁培地で 1 週間培養した供試菌株を植菌して 2 日間培養した(水麴)。チューブの水麴に α 化米, ミネラルウォーター(Crystal Geysers; CG ロクサーヌ LLC 製, 米国)を加えて vortex ミキサーにて混合後, 遠心分離機で軽くスピンドウンしてチューブのスクリーキャップを半回転ほど緩めて静置し, これをもろみとした。もろみの詳細は表 2 に示した。もろみをインキュベーターにて 15°C に保持し, 毎日重量の測定を行った。もろみ期間はアルコール度数がおよそ 16%となる, 全体重量の減少量が 3.84 g に達した日までとし, もろみ期間が終了した検体は直ちに遠心分離機を用いて 8,000 \times g, 15 min で上槽した。すべてのもろみを上槽後, 清酒はオートクレーブにて 63°C, 60 min の火入れを行い, -5°C にて保存した。

表 2 マイクロ小仕込み配合

	水麴	仕込み
α 化米 (g)		9.2
A 麴 (g)	2.8	
水 (mL)		3.6
酵母水 (mL)	0.3	
0.05%乳酸 (mL)	20	

汲水歩合 130%

(α 米と A 麴の補水量: 各 30%)

3 結果と考察

近年, 酵母の育種で使用された変異処理の主たる方法は, エチルメタンスルホン酸(EMS)処理であるが, 作業面等の安全性で優位と考え, 本研究では UV 照射法による突然変異処理を行った。

MY3216 株および MY3227 株の菌体分散液に対して UV 照射を行ったところ, 照射時間が 60 sec から 80 sec で変異株取得の目安となる死滅率 90%程度に到達した(図 1)。データは示さないが, MY3227 株に対し UV 照射を 60 秒行った場合, 希釈倍率 10^2 の TFL-DOB 寒天にコロニーが出現した。ゆえに生菌数当たりの TFL 耐性獲得率は 10^{-4} 程度であると推察した。

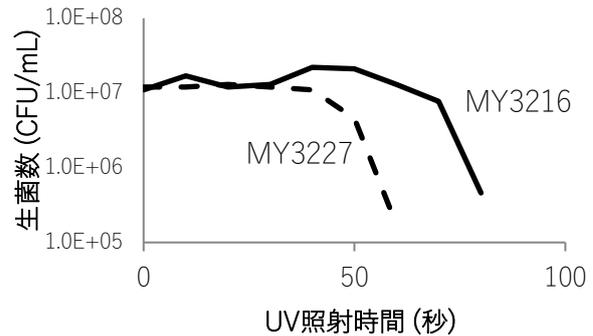


図 1 紫外線照射による MY3227 株(破線)と MY3216 株(実線)の生存曲線

変異により TFL 耐性を獲得したコロニーを拾い, 保存前にそれを再度 TFL-DOB 寒天培地上に画線してコロニーの単離を試みた。図 2 に画線培養した写真を示した。図の矢印の先が petite colony⁵⁾とみられる小さなコロニーで, 候補菌株のコロニーとは明確に大きさや数が異なった。我々は, このコロニーの大きさの違いは, 画線培養の前段階, すなわち TFL 寒天平板から釣菌した段階では TFL に耐性を獲得した菌株を完全には単離できず, TFL に対する耐性の弱い菌株がわずかに混在している場合もあると考えた。ゆえに, 1 回の画線培養では菌株の単離には不十分であり, 画線培養から釣菌したコロニーをさらにもう 1 回画線し, petite colony が発生しないことを確認して保存することとした。今後, 単離した菌株に petite colony が発生する可能性を留意しつつ, 保存と継代に努めていきたいと考えている。



図 2 TFL-DOB 寒天培地上に出現した取得コロニーの画線培養(1 回目)。矢印の先端に見えるのが petite colony

表 3 に単離した年度ごとの菌株数を示した。また、図 3 に麴汁培地における増殖性試験およびマルトース資化性試験の結果を示した。各データは標準偏差が大きく、試験における菌株の成長速度のばらつきが大きいことを示しており、UV による変異操作が有効であったことを示唆していた。しかしながら、それぞれの試験項目で有意差検定(ANOVA)を行った結果、同じ項目でも年度毎の集団に有意差ありの判定となった。つまり、第一段階選抜において全体を母集団とみなすと、同じ条件で実施したとしても年度単位で集団にバイアスがかかると考えた。

表 3 年度ごとの単離菌株数

	親株	単離菌株数
令和元年度	MY3227	1,479
令和 2 年度	MY3216	1,152
令和 3 年度	MY3216	1,152

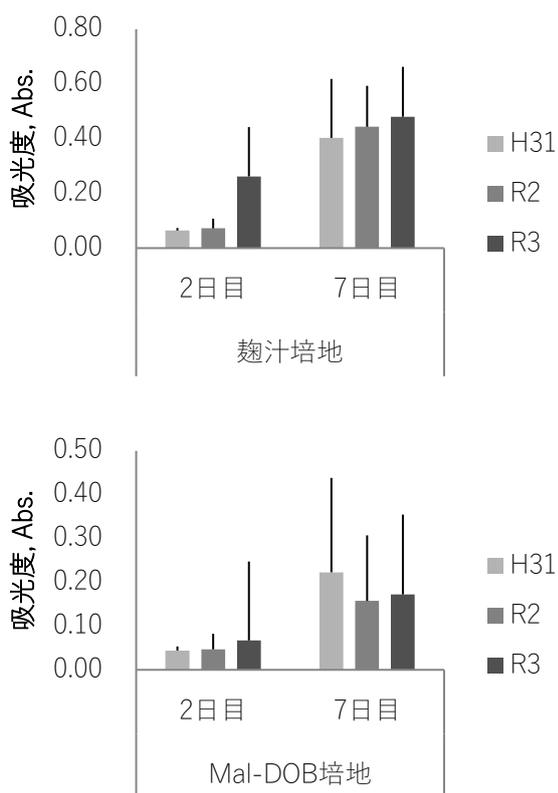


図 3 アルコール麴汁培地(上)と Mal-DOB 培地(下)で培養した菌株の吸光度。エラーバーは標準偏差。ANOVA により、すべての項目で有意差あり(p**<0.01)

群間に有意差のある母集団から優秀な酵母を選抜するための考え方として Z スコアによるデータの標準化を行った。いま、試験項目ごとに測定された菌株培養液の吸光度が正規分布に従うと仮定し、試験項目毎、年度単位の試験群をそれぞれ母集団とした場合、母集団の平均値を μ 、標準偏差を σ すると、吸光度が X である菌株 A の Z スコアは、

$$Z_A = (X_A - \mu) / \sigma$$

と表せる。選抜ではすべての試験項目において菌株ごとの Z スコアを求め、エタノール麴汁培地における 2 日目、7 日目の Z スコアを Z_{k2} , Z_{k7} , Mal-DOB 培地も同様に Z_{m2} , Z_{m7} とし、総合 Z スコア Z_t を

$$Z_t = Z_{k2} + Z_{k7} + Z_{m2} + Z_{m7}$$

とした。スクリーニングは年度ごとの母集団から Z_t の大きい順に上位の菌株を選抜した。Z スコアは、菌株の吸光度が平均値よりも大きい場合は正の値を示し、平均値から遠ざかるとその絶対値は大きくなる。したがって、母集団の中で増殖能力が大きい株ほど Z スコアは正方向に大きくなる。また、Z スコアは標準偏差で規格化されているため、正規分布に従う母集団であればバイアスを極力排除して比較することができると考えた。エタノール麴汁培地及び Mal-DOB 培地の 7 日目における吸光度は酵母が最大限に増殖した場合の酵母数を想定しているが、その増殖速度までは反映しないと考え、2 日目の吸光度を測定した。2 日目は増殖の初期段階であるため、一般的な微生物の増殖曲線から、その吸光度は増殖の立ち上がりの早さを反映するものと考えた。すなわち、このスクリーニングは各条件における増殖能力のみならず、初期の増殖速度を考慮したものとなっている。また、2 日目の吸光度の標準偏差は平均値に対して大きく離れたデータが多いため、2 日目の吸光度の大きい菌株は Z スコアも大きくなり、結果として初期の増殖速度の大きい菌株が選抜される傾向であった。

我々は、年度ごとに分離した菌株から、各年度の Z_t が上位の菌株を選抜し、2 段階目の選抜として酸度測定、香気成分分析に供した。選抜した菌株数は、作業の手数や時間などを考慮し、マイクロプレートのウェル数と同じ 96 菌株とした。表 4 および図 4 に酸度測定の結果を示した。酸度は平均 3.77 と一般的な市販清酒(0.8 から 1.5 程度)よりも高い値を示した。これは今回の試験系において、もろみではなく麴汁培地を用いたこと

と、1.2 mL の小スケールであったことから、溶存酸素の影響により酢酸やコハク酸などの有機酸が増加したため⁶⁾、結果的に全体の酸度が上昇したと考えられた。

表 4 供試菌株の酸度の統計量

データ数	平均酸度(mL)	標準偏差	中央値
284	3.77	0.76	3.63

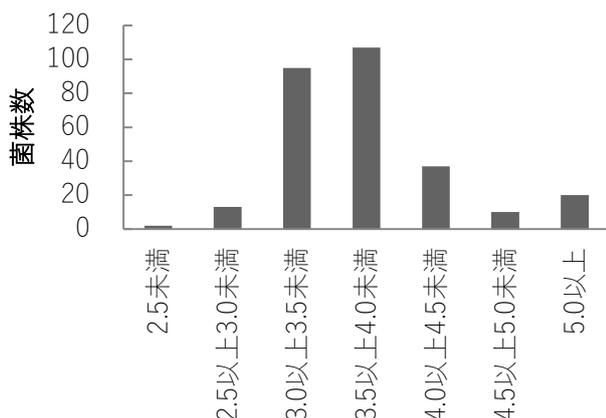


図 4 菌株の酸度分布

表 5 に香气成分分析の結果を示した。もろみとは異なる条件ではあるが、親株である MY3227 よりも酢酸イソアミルの生成が大きく、さらに E/A 比が大きい菌株が多く選抜された。

酢酸イソアミルの生産量が多い菌株を選抜するため、各菌株の E/A 比を求めた。E/A 比は香气成分のうちエステル(E, 酢酸イソアミル)とアルコール(A, イソアミルアルコール)の濃度比(ppm / ppm)で表され、

$$E/A \text{ 比} = 100E / A$$

と定義される⁷⁾。E/A 比が大きくなれば酢酸イソアミルがハナヤカでイソアミルアルコールの重い香りが少ない吟醸香となると考えられる。これらから酸度の高い株を除外するため、E/A 比の Z スコア(Z_{EA})から、酸度の Z スコア(Z_{Ac})を除いたものを菌株のスクリーニングスコア(Z_{Sc})とし、 Z_{Sc} の高い菌株を選抜した。

$$Z_{Sc} = Z_{EA} - Z_{Ac}$$

Z_{Sc} により選抜した上位 10 菌株の香气成分と E/A 比を表 5 に示した。いずれの菌株も親株より高い濃度の酢酸イソアミルおよびイソアミルアルコールを生成した。また、

E/A 比も親株よりも高い値を示し、良好な香气を生成する可能性があることが期待された。

表 5 麹汁培地で培養した菌株の香气分析結果

(単位: ppm)				
菌株 ID	E ^{※1}	A ^{※2}	酢酸エチル	E/A 比
724	5.2	135.4	- ^{※3}	3.8
907	5.2	120.9	-	4.3
1292	5.1	124.3	-	4.1
248	4.8	108.3	60	4.4
1239	4.8	105.3	-	4.6
508	4.7	122.8	57.4	3.8
816	4.7	110.6	-	4.2
1246	4.7	123.4	-	3.8
1421	4.6	115.9	-	4.0
516	4.6	99.2	53	4.6
MY3227	1.2	64.2	-	1.9

※1 酢酸イソアミル

※2 イソアミルアルコール

※3 検出下限(10.7)以下

今回、我々は分離株の増殖速度や生成物などをスクリーニングの指標としてきたが、いずれの試験系も麹汁培地や合成培地を用いるなど、もろみを模倣してはいるものの、実際とは異なる結果になっていると考えた。我々は、酵母のスクリーニングの評価においても実際のもろみに極力近づける手法として、極少量の小仕込み試験(以下、マイクロ小仕込み試験)を考案した。マイクロ小仕込み試験は、小仕込み試験⁸⁾と比較して、総米量と汲水量を 1/12.5 に縮小し、50 mL 容量の遠心チューブで実施可能となった。また、簡易化のために温度管理はインキュベーター内で一定温度とした。上槽を行ったところ、およそ 22 mL の清酒を取得することができた。成分分析は 1/10 濃度の酸度・アミノ酸測定、香气成分分析に限定し、アルコール度数測定やグルコース濃度測定は割愛した。マイクロ小仕込み試験の成分分析は限定的であるが、実際のもろみ条件において、もろみ日数が極端に長い菌株や極端に酸度の高い菌株を排除するとともに、香气成分分析に基づく選抜が可能となると考えた。

図 5 に実用菌株を含む 120 菌株のマイクロ小仕込みで得られたもろみ日数の分布を示した。親株の MY3216 株と同等か、より短いもろみ日数を示した候補株が 68 菌株あった。酸度・アミノ酸測定、香气成分分析については実施中であり、これらの結果を検討したうえで今後の選抜試験や通常の小仕込み試験に臨む予定である。

表 6 マイクロ小仕込み試験のもろみ日数

供試菌株数	平均(日)	中央値(日)	標準偏差
120	13	13	2.3

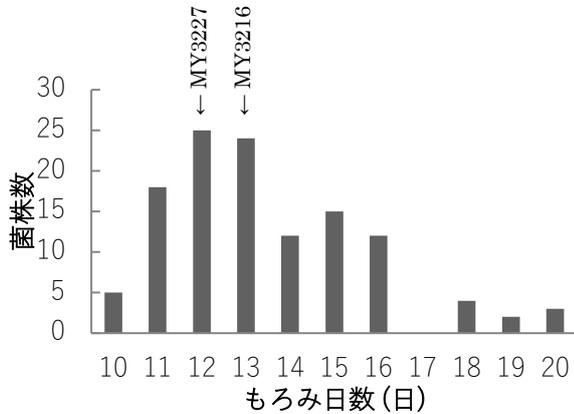


図 5 マイクロ小仕込み試験のもろみ日数分布

4 結論

本研究では次の結果が得られた。

- ・ 親株を UV により変異させ、3,783 菌株の TFL 耐性菌株を選抜した。
- ・ エタノール麴汁培地における増殖性とマルトース資化性を評価し、288 菌株を選抜した。
- ・ 麴汁培地での培養による香气成分分析と酸度・アミノ酸度の評価からおおよそ 120 菌株を選抜した。
- ・ 小仕込み試験を縮小化したマイクロ小仕込み試験を考案し、もろみ日数を簡易的に評価した。

謝辞

本研究を遂行するにあたり、新潟県醸造試験場の金桶光起場長および新潟薬科大学大学院応用生命科学研究科高久洋暁教授からアドバイスをいただきました。心より御礼申し上げます。

参考文献

- 1) 堤浩子: におい・香り環境学会誌, 46, 5 pp.346-349 (2015)
- 2) 市川英治: 醸協, 84, 3, pp.166-170 (1989)
- 3) 河村大造, 門隆興, 東江昭夫: 醗酵工学, 64, 25, pp.25-27 (1986)

- 4) 斎藤久一, 渡邊誠衛, 田口隆信, 高橋仁, 中田健美, 岩野君夫, 石川雄章: 醸協, 87, 12, pp.915-921 (1992)
- 5) Day Martin: *Adv Appl Microbiol.*, 85, pp.1-41 (2013)
- 6) 松田章, 有手友嗣, 中村静夫, 辻奈緒子, 畢野礼奈日, 矢野俊博: 醸協, 108, 7, pp.527-538 (2013)
- 7) 永井英雄: 醸協, 88, 4, pp.264-271 (1993)
- 8) 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: 醸協, 73, 4, pp.295-300 (1978)

【短報】

【令和3年度～令和4年度 県単独試験研究】

デジタルファブリケーションによる地域商品開発

益田 佳奈, 篠塚 慶介, 伊藤 利憲
企画・事業推進部

デジタルファブリケーションとは、デジタルデータをもとに創造物を制作する技術である¹⁾。中小企業においても、デジタルファブリケーション施設(3Dプリンターやレーザーカッター等のデジタルファブリケーション機器が設置された工房のこと)の利用や、自社設備として機器を導入して商品開発を行う事例も増加しているが、デザインプロセスと試作プロセスの不一致等の要因により、効果的に活かされていない現状もある。

そこで、本研究では、商品開発における試作開発のフェーズにおいて、デジタルファブリケーションを適切に使うことでより魅力的な商品開発が促進されるという仮説の下、デジタルファブリケーションとデザインの両方向から試作・検討を支援するシステムを構築し、地域企業との具体的な商品開発を通して支援システムの有効性を検証する。

本報ではレーザーカッター等の加工パラメータ調査実験結果と構築した支援システムについて報告する。

キーワード: デジタルファブリケーション, レーザーカッター, UVプリンター, 地域商品, デザイン

1 緒言

デジタルデータを基にものづくりを行う“デジタルファブリケーション(以下、「DF」という)”は新たなイノベーションや経済的価値を生み出す技術として世界的に注目されている。マサチューセッツ工科大学が起源とされるデジタルファブリケーション施設(以下「ファブ施設」という)を開設する動きも世界各地で広がり、DF技術の普及を押し進めている。

現在、日本では132箇所(2021年Fabcross調査²⁾)のファブ施設が運営されているといわれ、近年では地域企業が3DプリンターやレーザーカッターなどのDF設備を積極的に導入し、試作に活用する動きが広がりを見せている。

設備導入・試作での活用が地域企業で進む一方、商品開発プロセス全体を通して見てみると、必ずしもDF技術が効果的に使われていない実情が見えてきた(県内・近県10団体に聞き取り調査)。その要因の一つは「デザインプロセスと試作プロセスの不一致」が要因の一つと考えられる。

そこで、本研究ではDFによる試作とデザイン(商品の企画立案行為)を双方向に支援し、商品開発プロセスを改善するシステムを構築する。また、地域企業との具体的な商品開発を通して本システムの有効性を検証していく。

2 検証方法

2.1 支援システムの構成

システム構築にあたり、DF機器を取り入れた商品開発を実践しようとしている企業の現状をヒアリングした。その結果、DF機器を実際に導入した企業では、専門オペレータが不足していて試作品加工の技術的ハードルが高いことや、加工可能な素材の知識やパラメータ等も十分に把握できていないことが課題として挙げられた。また、社内にデザイン知識のある人材が居ないことで、そもそものアイデア発想や加工データの作成が容易ではないという現状も多く見受けられた。

そこで、これらの課題を解決するために次の3つの支援システムを構築する。加工技術や知識の課題は「①加工パラメータデータベース」で解決し、アイデア創出の課題は地域素材の「②デザインエレメントデータベース」で解決する。さらに、感性分析による「③検索システム」により、どのイメージゾーンを狙うのかの指標、そして狙ったイメージと合っているのかの評価を行う。

これらのシステムを3つのギアのようにお互い連動させながら回していくことで、商品開発における試作・検討の工程がよりスピーディーになり、商品開発が効率的に行われるという仮説を基に支援システムを構築する(図1)。

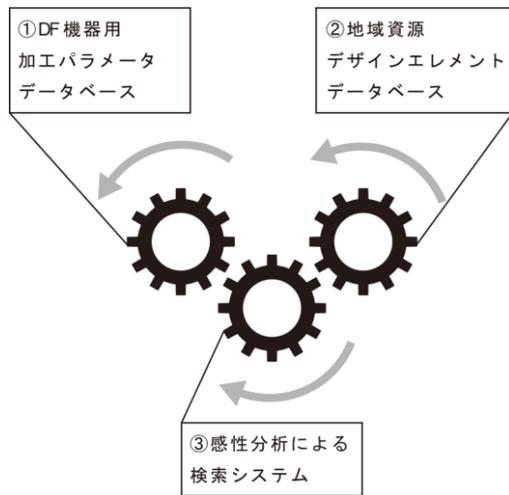


図1 支援システムの構成イメージ

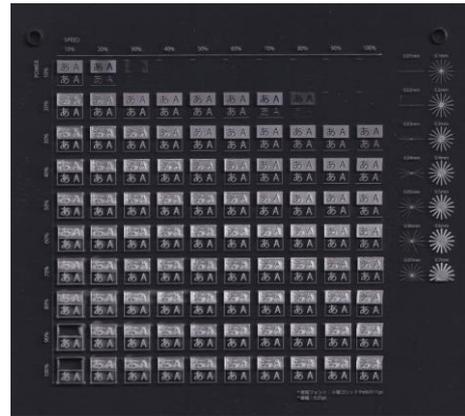


図3 レーザーカッターの彫刻加工パラメータ見本

2.2 加工パラメータ調査

県内企業が商品開発に導入している主なDF機器としてレーザーカッター (trotec speedy100) 及びUVプリンター (mimaki UJF-6042Mk II) の出力パラメータ実験を行った。DF機器は細かなパラメータ調整が必要な為、加工する材料の材質や厚みに合った適切な数値を都度設定しなければならない。レーザーカッターは切断加工における材質や厚み別の独自調整パラメータ(図2)と、彫刻加工におけるパラメータ出力見本(図3)を作成した。UVプリンターはインクの濃淡を確認する為の特殊インク印刷見本(図4)を作成した。レーザーカッターのパラメータについては、ファイルとして書き出しすることができる為、同機種を導入した企業に随時情報提供を行っている。

今回作成したパラメーター一覧によって、最適な数値で加工する為のテスト加工の時間を大幅に短縮すると共に、材料のロスを削減することも可能になる。また、材料一覧があることで本来想定していた材料より適した材料を選定したり、新たなアイデア創出の可能性に繋げることもできる。これにより、DF機器導入企業が抱える加工知識・技術の課題が改善される。

色	厚み	PPF/分	速度	PPF/分	速度	PPF/分	速度	PPF/分	速度
1	1.0mm	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
2	1.5mm	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
3	2.0mm	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
4	2.5mm	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
5	3.0mm	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
6	3.5mm	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
7	4.0mm	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
8	4.5mm	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
9	5.0mm	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
10	5.5mm	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
11	6.0mm	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
12	6.5mm	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
13	7.0mm	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
14	7.5mm	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
15	8.0mm	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
16	8.5mm	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
17	9.0mm	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
18	9.5mm	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
19	10.0mm	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000

図2 レーザーカッターの素材・厚み別独自調整パラメータ



図4 UVプリンターの特殊インク印刷加工パラメータ見本

2.3 デザインエレメント作成

宮城県観光プロモーション推進室が管理している、宮城県の観光に関する写真を検索・閲覧・ダウンロードできるwebサイト「みやぎデジタルフォトライブラリー³⁾」に登録されている画像を代表的な「宮城の地域資源」の風景と定義し、形状パターン及び配色パターンを合計1000種類制作した。

(1) 形状パターン制作フロー

みやぎデジタルフォトライブラリーに登録されている画像から特徴点を抽出した後、適した配置方法で整列し(図5)、充填率の変更や変形バリエーションを増やすことで、地域企業のニーズに合わせた形状パターンを誰でも簡単に素早く生成する手法を確立した(図6)。この手法の検証として、画像から抽出した100種類の特徴点を基に500種類の形状パターンを制作した(図7)。

これらの形状パターンは全てシンプルなベクターのパ

スデータで制作されている為、IllustratorやPhotoshop等の2D描画ソフトの他、Rhincerosのような三次元CADソフトでも使用可能である。

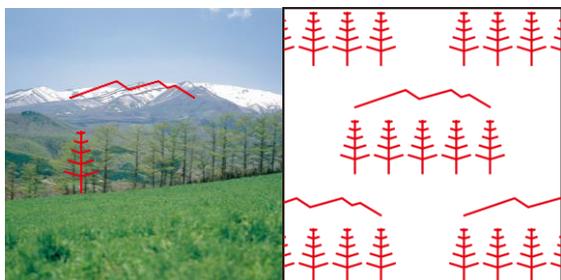


図 5 写真から特徴点を抽出し、適した方法で配置した形状パターンの例

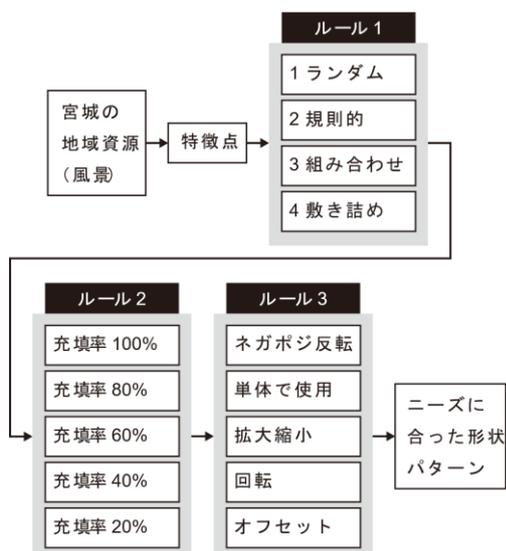
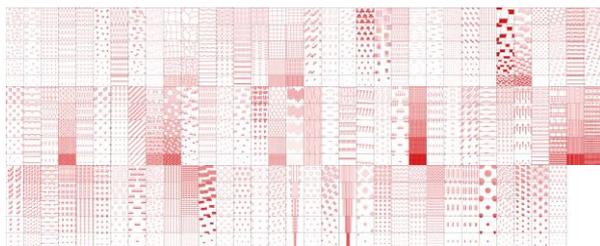


図 6 形状パターンの制作フロー



(2)配色パターン制作フロー

ブラウザ上で簡単に操作できるカラージェネレータ「Adobe color⁴⁾」を使用する(図8)。みやぎデジタルフォトライブラリーに登録されている画像からテーマを抽出し、500種類の配色パターンを制作する(図9)。

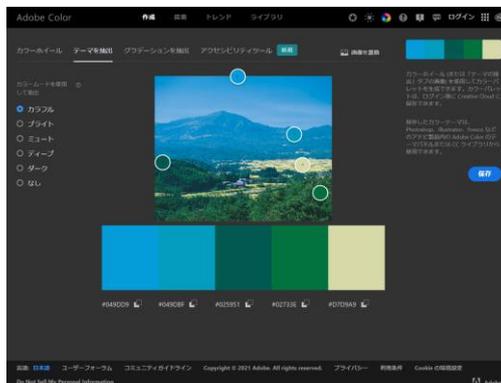


図 8 配色パターンの制作フロー (Adobe color 使用)

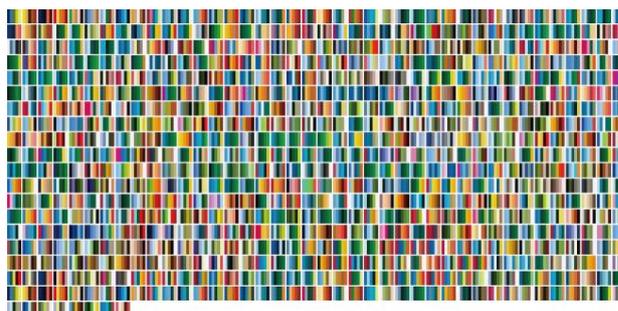


図 9 配色パターン 500 種類

これらの形状パターンと配色パターンで構成されるデザインエレメントを活用し、目指すべきイメージを具体的に共有することで、関係者間の齟齬を減らし、商品開発の試作・検討のフェーズをより効率的に行うことが可能になる。

3 結言

本年度は、

- (1) レーザーカッター及びUVプリンターのパラメータ調査
 - (2) デザインエレメント作成(1000種類)
- を行い、我々が保有する既存の知見・ノウハウと組み合わせ、**図 7 形状パターン 500 種類**
- ①加工パラメータデータベース

②デザインエレメントデータベース

を構築した。

次年度は、「③検索システム」を構築し、さらに、3つの支援システムを連動させる有効性について、地域企業との商品開発を通し明らかにしていく予定である。

参考文献

- 1) 総務省.“平成28年版情報通信白書”.
<https://www.soumu.go.jp/johotsusintokei/whitepaper/ja/h28/html/nc141330.html>, (参照2022-05-11).
- 2) fabcross.“日本のファブ施設調査2021—コロナ禍を経て微増。地方で進む小規模ラボ展開”.2021-12-28.
https://fabcross.jp/topics/research/20211228_fabspac.html, (参照2022-05-11).
- 3) 宮城県観光プロモーション推進室.“みやぎデジタルフォトライブラリー”.
<https://digi-photo.pref.miyagi.jp/>, (参照2022-05-11).
- 4) Adobe.“Adobe color”.
<https://color.adobe.com/ja/create/image>, (参照2022-05-11).

多相流シミュレーション技術の高度化研究

吉川 穰, 内海 宏和^{*1}, 齋藤 佳史, 家口 心

自動車産業支援部

(^{*1}現 材料開発・分析技術部)

近年件数の多い多相流関連の相談に対応可能とするため、3つの気液二相流問題を設定して数値計算を行った。「液滴振動問題」では、初期に配置した楕円形水滴の振動周期が線形理論と一致する定量的な計算ができた。これを発展させた「気泡排出問題」では、気泡の初速度により水滴からの気泡排出/残留の違いが現れ、工業的な応用可能性が確認された。「ノズル濡れ問題」の計算では、気流による水流の壁面付着について検証実験にて再現できた。令和4年度には水滴の飛散挙動の計算へと発展させる。

キーワード：気液混相流，液滴振動，気泡排出，ノズル濡れ，数値計算

1 緒言

宮城県では、平成20年度からみやぎ発展税を有効に活用し、「富県宮城の実現」に向けた施策を行っている。中でも、県内総生産10兆円達成を目標とした産業振興パッケージでは、高度電子機械産業や自動車関連産業に関連した県内の中小企業の競争力強化を目的としており、当センターもその下に県内企業の技術の高度化を目指して日々の支援を行っている。

さて、上述の産業分野においては、世界的にデジタルエンジニアリング技術を活用した設計開発が普及しており、当センターでも平成9年度からコンピュータシミュレーションを導入して、県内企業向けに構造・伝熱を中心とした先導的な技術支援を行ってきた。ところが近年ではその分野を超え、特に流体力学分野に関して、シミュレーション(数値計算)技術を用いた設計の事前検討について、技術相談が年々増加している。例えばファンによる気流の到達距離や水冷による発熱体の温度を求めたいといった相談や、スプレーによる液滴の飛散挙動や熔融金属が流れながら冷えて固まる位置を知りたいといった相談が実際に寄せられている。前者の相談のように、気体や液体それぞれ単独の流れ(単相流)を扱う問題に関しては大方対応が可能で、数値計算利用の有無に関わらず数多くの支援を行っている。一方で、後者のように気体や液体、固体が混ざりながら流れる(多相流、混相流)問題については、当センターにおいても知見がなく、現状においては対応が難しい。このような場合には、多相流現象を単相流現象と見立てた簡略モデルによる部分的な支援を行い、場合によっては対応不可と

せざるを得ないケースもある。

本研究は、このような状況を打開し、県内企業が抱える多相流問題の設計開発に資するべく、令和3年度から2年間にわたって数値計算技術を培うものである。これまで当センターで対応できなかった多相流関連の問題に対して、できるだけ一般的な物理モデルを対象を選んで取り組むことで、多分野の県内企業から寄せられる相談への柔軟な対応を可能とする。もって、高度電子機械産業や自動車関連産業に関連した県内企業の競争力強化につなげる。

1年目となる令和3年度は、気液間の表面張力が支配的となる現象として「液滴振動問題」を、液体の慣性が支配的となる現象として「ノズル濡れ問題」を取り上げて数値計算を行い、理論や実験と比較することで、その計算の妥当性検証を行うところまでを目標とする。また、当初の目標として設定した上述の内容に加えて、「液滴振動問題」を発展させることで、「液滴中の気泡排出問題」も数値計算にて扱った。

2 計算方法と実験方法

2.1 液滴振動問題と気泡排出問題における計算方法

2.1.1 液滴振動問題

本節における計算では、表面張力が支配的となる現象として、重力場の影響が無視できる浮遊液滴の表面張力振動を取り上げる。本計算には、商用の流体計算ソフトウェア Ansys Fluent 2021 R2を用いて、VOF法によ

り気液二相流を扱うこととし、表面張力モデルにはCSFモデルを採用した。気液二相流を構成する液体は水、気体は空気として、物性値を与えている。図1に計算の初期条件と境界条件を示す。ここで、 a : 楕円の長軸径、 b : 楕円の短軸径、 L : 計算領域の長さを表す。2次元問題とするために、奥行き方向には対象条件とし、その他の2次元平面方向の境界条件は全て開放として圧力0[Pa]を指定した。VOF法において、計算の対象となる水の体積分率 $VF_w[-]$ は式(1)にて与えた。

$$VF_w = \text{step}\left(1 - \frac{(x^2 + y^2)}{a^2 + b^2}\right), \text{step}(c) = \begin{cases} 1(c \geq 0) \\ 0(c < 0) \end{cases} \quad (1)$$

ここで c は任意の実数である。水を楕円形の初期配置とすることで、気液界面に働く表面張力に差が生じ、液滴の運動が開始される。表1に計算条件を示す。ここで R は楕円の長軸径と短軸径の相乗平均から得られる代表液滴径を表す。表中の条件1, 2に対して、表面張力の値を水と空気の間働く $\sigma = 0.073[\text{N/m}]$ を中心に、0.292, 0.01825と変えて計算を行った。計算に使用するメッシュは、 x 方向、 y 方向に $\Delta x = \Delta y = 0.0125[\text{mm}]$ の分解能を持つ直交等間隔格子とした。これは計算領域の1辺を80分割したことに相当する。また時間刻みは0.008[ms]とした。本計算におけるレイノルズ数はBasaran²⁾と同様に表面張力を用いた速度スケールで定義し、 $\sigma = 0.073[\text{N/m}]$ において $Re \equiv (\sigma R / \rho)^{1/2} / \mu = 110$ とした。ここで水の密度 $\rho = 1000[\text{kg/m}^3]$ 、粘性係数 $\mu = 0.001[\text{Pa} \cdot \text{s}]$ である。

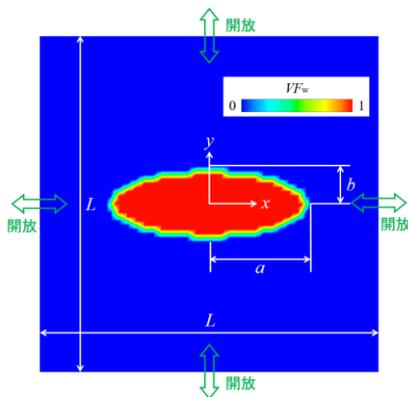


図1 液滴振動問題の初期条件と境界条件

表1 液滴振動問題の計算条件

単位: [mm]	L	a	b	$R \equiv \sqrt{ab}$
条件1	1	0.285	0.0951	0.165
条件2	10	2.85	0.951	1.65

2.1.2 気泡排出問題

液滴振動の発展的な問題として、液滴中に含まれた気泡の排出に関する数値計算を行う。図2に計算の初期条件と境界条件を示す。境界条件は「液滴振動問題」と同じである。水滴(図2内B領域)の初期形状は半径0.15[mm]の円とし、 $+y$ 方向に0.075[mm]オフセットした位置に、半径0.05[mm]の円形気泡(図2内A領域)を配置した。気泡部には初速度 v_{ini} を与え、 $v_{ini} = 35, 40, 45, 50[\text{m/s}]$ と変えて、挙動の違いを調べた。水滴の内部外部(図2内A領域及びC領域)はともに空気とするが、計算モデルの将来的な拡張性も考慮して、液滴内部と外部の空気を別の相として定義した気気液三相流として計算を行った。表面張力は水と空気の間(A-B間、B-C間)でのみ働くこととし、その値を $\sigma = 0.073[\text{N/m}]$ とした。分解能は「液滴振動問題」の4倍である $\Delta x = \Delta y = 0.003125[\text{mm}]$ とし、時間刻みは0.002[ms]とした。

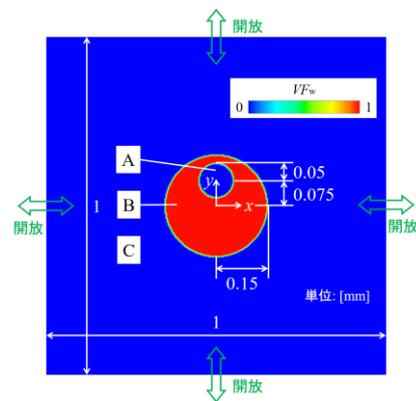


図2 気泡排出問題の初期条件と境界条件

2.2 ノズル濡れ問題における計算方法と実験方法

本節における計算では、液体の慣性が支配的となる現象として、気流による圧力低下が液体の流れの向きを変えることで、ノズル壁面を濡れる否かの状態が変化するノズル濡れ流れを取り上げる。

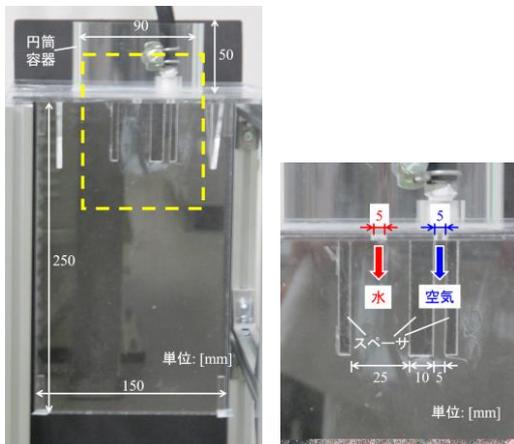
図3に計算との比較対象とする実験装置を示す。ノズル壁に見立てた3[mm]厚のスペーサを挟むようにアクリル板を貼り合わせることで、テストセクションにおける水流の二次元性を確保した。また、テストセクション上部には円筒容器を設置し、水をオーバーフローさせることで水の流入流量を一定とした。水の平均流速は、30秒間流した水の質量を測定し流入孔の断面積で除すことで算出し、1.08[m/s]であった。また空気の体積流量はKEYENCE社製FD-A100を用いて測定し、流速に換算

して $V_0 = 0, V_1 = 16.6, V_2 = 28.3, V_3 = 39.4$ [m/s]の4条件で実験を行った。この値は、空気の流速と流入境界の奥行方向幅を代表長さとしたレイノルズ数において $Re_1 = 3.32 \times 10^3, Re_2 = 5.66 \times 10^3, Re_3 = 7.88 \times 10^3$ に相当する。また、水の流速と流入境界の奥行方向幅を代表長さとしたレイノルズ数は $Re_w = 3.24 \times 10^3$ である。またウェーバー数は $We_w = 48$ である。

次に、以上の実験を対象とした数値計算の条件を示す。本計算には、商用の流体計算ソフトウェアAnsys CFX ver.19.2を用い、Homogeneous Modelにより気液二相流を扱った。「液滴振動問題」と同様に、気液二相流を構成する液体は水、気体は空気として、物性値を与えている。図4に計算領域と境界条件を示す。水の流入境界では実験と同様に速度を1.08[m/s]で固定し、ハッチング領域の境界においては速度を0[m/s]とした。また、空気の流入境界においては、式(2)(および図5)に示すように速度 $V_{in,air}$ [m/s]を時間的に変化させ、実験条件と同じ速度 $V_n(n: 0 \sim 3)$ となるように段階的に加速させた。

$$V_{in,air} = \sum_{n=0}^2 (V_{n+1} - V_n) \left\{ \tanh \left(\frac{5(t-t_n)}{t_a} \right) + 1 \right\} / 2 \quad (2)$$

ここで、 t は時刻、 t_n は加速の中心時刻、 t_a は加速時間を表し、 $t_1 = 0.25$ [s]、 $t_2 = 0.5$ [s]、 $t_3 = 0.75$ [s]、 $t_a = 0.1$ [s]である。なお「液滴振動問題」と同様に2次元問題とするため、奥行き方向には対象条件とし、その他の平面方向の境界条件は開放として圧力0[Pa]を指定した。図6に使用したメッシュを示す。Mechanicalメッシュャーにおいて構造格子に類するメッシュを生成するべく、計算領域を領域1~7に分割して共有トポロジー機能にて領域間で隣接するメッシュを共有させた。また分解能は $\Delta x = 0.5$ [mm]、 $\Delta y = 2$ [mm]とし、領域1と7にのみ x 方向に格子伸長を施した。



(a)テストセクション全体図 (b)黄色破線部拡大図
図3 実験装置

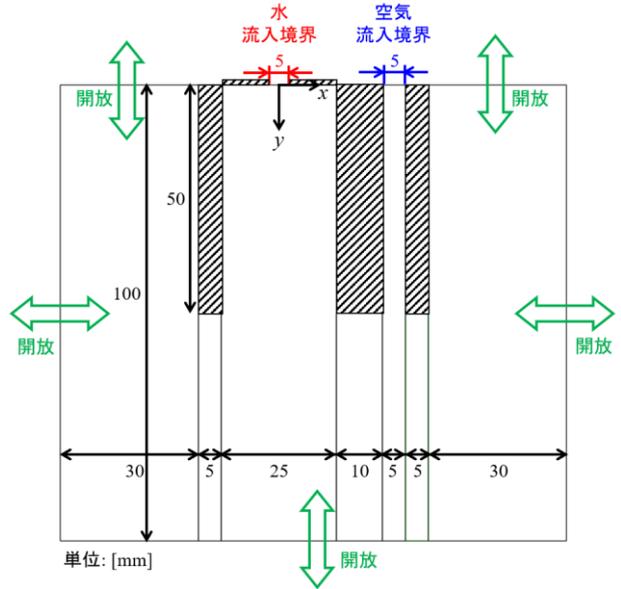


図4 ノズル濡れ問題における計算領域と境界条件

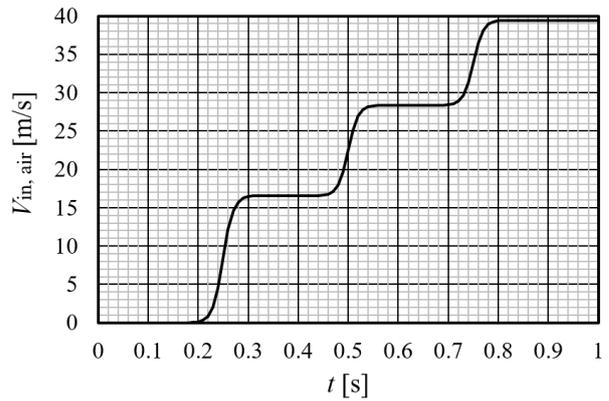


図5 空気流入流速の時間変化

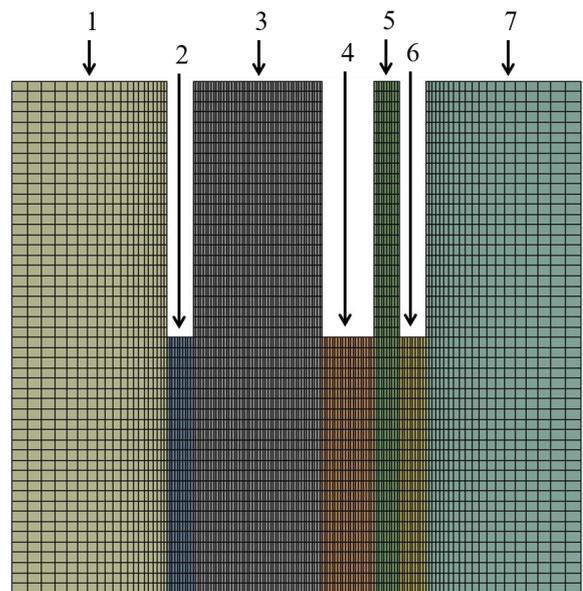


図6 ノズル濡れ問題における計算メッシュ

3 結果と考察

3.1 液滴振動問題と気泡排出問題

3.1.1 液滴振動問題

図7に条件1で $\sigma = 0.073[\text{N/m}]$ とした場合の計算結果を示す。 $t = 0[\text{s}]$ で横長の楕円形状であった液滴は、気液界面にて発生する表面張力差によって、横長→縦長→横長→...と変形を繰り返す。今回の計算条件で得られた振動周期は $T = 0.672[\text{ms}]$ で、図7は半周期ごとの水滴の様子を表している。同条件にて分解能を4倍に上げた計算も行ったが、水滴の振動周期は $T = 0.688[\text{ms}]$ で挙動に定性的な差は見られず、解の解像度依存性は低い。図8に条件1, 2において、表面張力を変化させた場合の振動周期の違いを示す。液滴の表面張力振動は、円形からの無限小振幅を仮定した線形理論にて解析的に扱われており³⁾、周期は式(3)で与えられる。

$$T = 2\pi\sqrt{\rho R^3/6\sigma} \quad (3)$$

今回の計算結果(点)は線形理論の予測(線)とほぼ一致している。また、Basaran²⁾は有限要素法を用いて、レイノルズ数100における非線形領域の振幅条件($a/b = 3$)で計算を行い、無次元時間で1周期2.8程度の振動現象となることを報告している。本計算はその条件と近く($a/b = 3.0$)、同様の時間スケールで無次元した周期は2.7となり、線形理論との比較と同様に良い一致を示したことから、設定した問題を定量的に解くことができたと考えられる。

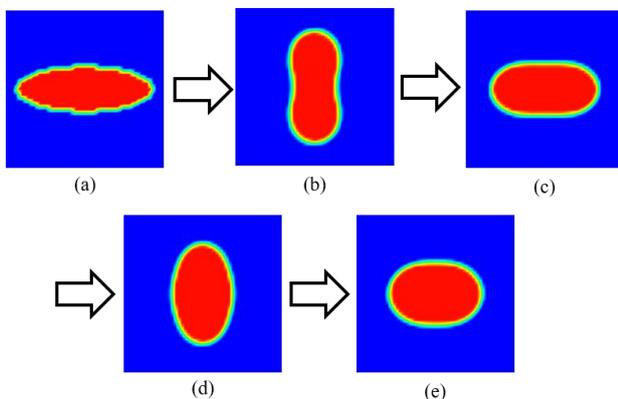


図7 液滴形状の時間変化(条件1, $\sigma = 0.073[\text{N/m}]$)

(a) $t = 0[\text{ms}]$, (b) $t = 0.336[\text{ms}]$, (c) $t = 0.672[\text{ms}]$,
(d) $t = 1.008[\text{ms}]$, (e) $t = 1.344[\text{ms}]$

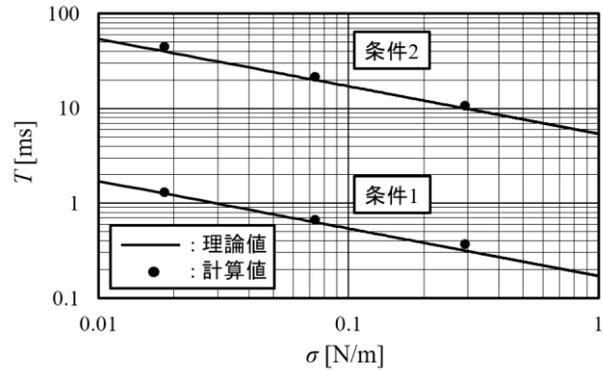


図8 表面張力に対する振動周期の違い

3.1.2 気泡排出問題

図9に $v_{ini} = 40, 45[\text{m/s}]$ における気泡の挙動を示す。 $v_{ini} = 45[\text{m/s}]$ においては、(a)と(b)の時刻の間で気泡が排出されたのに対して、少し初速度が小さい $v_{ini} = 40[\text{m/s}]$ においては、気泡は排出されない。この挙動を定量的に扱うために、水滴と気泡の重心間距離 $l_{gl}[\text{mm}]$ を式(4)で定義した。

$$l_{gl} = \sqrt{\sum_{n=1}^2 \left(\frac{\iint x_n \times VF_b}{\iint VF_b} - \frac{\iint x_n \times VF_w}{\iint VF_w} \right)^2}, \begin{pmatrix} x_1 \\ x_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} x \\ y \end{pmatrix} \quad (4)$$

ここで、 $VF_b[-]$ は気泡の体積分率を表し、積分領域は2次元の計算領域全体である。図10に式(4)で定義した重心距離の時間変化を、表2に気泡に与えた初速度によって気泡が排出されるまでにかかる時間の違いを示す。 $v_{ini} = 45, 50[\text{m/s}]$ においては、水滴と気泡の重心は時間の経過とともに徐々に離れていき、最終的に気泡の重心が定義できなくなったところで気泡が排出されるが、 $v_{ini} = 35, 40[\text{m/s}]$ の場合には、重心間距離は徐々に小さくなり気泡は水滴中に残留する。また、気泡の初速度が大きいほど、排出に要する時間は短くなる。本計算に対しては、現時点で比較対象がないために、その定量的な妥当性の評価はできないが、この数値計算モデルは液滴中の気泡の排出可能性を探るためのモデルとなる可能性がある。 casting, resin molding and other molding engineering, spray coating, powder of molten metal and other micro-particle phenomena, after liquid solidification, as common defects, the residual of bubbles is observed, but these phenomena are pushed together and experimental observation is difficult, therefore, numerical calculation model, if the preliminary check of the conditions can be done, the application in the wide industrial field is expected.

なお、計算で得られた気泡形状は初期配置と比べてどの時刻においても圧縮されており、初速度が大きい程

その径は小さくなっている。この原因は現時点では不明であるため、今後の調査課題とする。

表2 気泡初速度に対する排出時間の違い

初速度[m/s]	35	40	45	50
排出時間[ms]	N/A	N/A	0.136	0.072

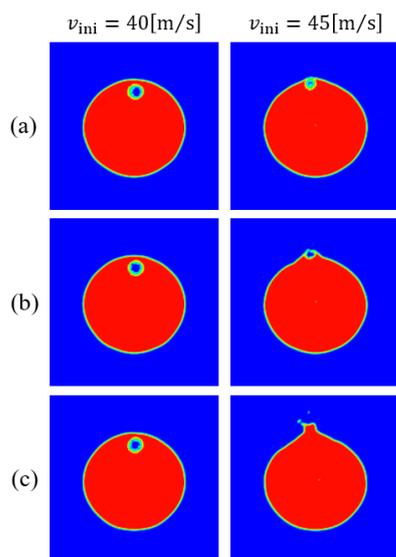


図9 $v_{ini} = 40, 45$ [m/s]における気泡の挙動
(a) $t = 0.128$ [ms], (b) $t = 0.144$ [ms], (c) $t = 0.160$ [ms]

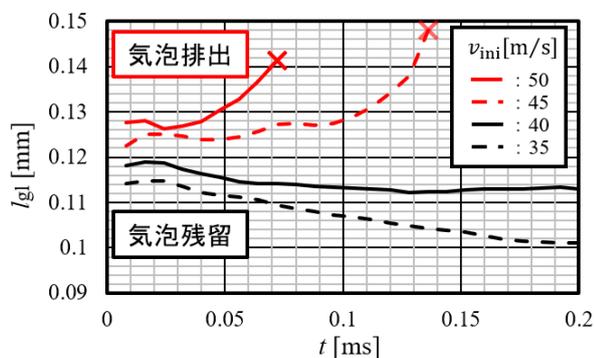


図10 気泡の初速度に対する重心間距離の変化

3.2 ノズル濡れ問題

図11に空気の流入速度 $V_{in,air}$ を変化させた場合の水の挙動について、計算結果と実験結果を併せて示す。空気を流さない場合、水は上から下に流れ落ちるだけであるが、気流が発生することで水流が気流側に吸い寄せられることが分かる。これは、Bernoulliの定理により高速領域が低圧となることで水流の左右で圧力差が生じ、その力のバランスによって水流の軌道が曲げられる

ためである。圧力差の大きさは空気の流速に対して単調増加となるため、水流が吸い寄せられる程度も流速の増加とともに大きくなっており、その様子は計算と実験で一致している。また本条件においては、 $V_{in,air} = 39.4$ [m/s]において初めて、水流はノズル壁面に付着した。数値計算におけるこの水流の動きを定量的に扱うべく、 $y = 50$ [mm]における水流位置の x 座標 $X_r[-]$ を式(5)で定義する。

$$X_r = [\max\{X \times \text{step}(VF_w - c_1)\} - c_2]/c_3 \quad (5)$$

ここで、 $X \equiv x + c_2$, $c_1 = 0.9[-]$, $c_2 = 12.5$ [mm], $c_3 = 0.0125$ [mm]であり、 \max 関数は引数の最大値を返す関数を表す。式(5)は $y = 50$ [mm]において水の体積分率が90%となる x 座標の最大値に対応し、水の流入境界中心を0、ノズル壁面である12.5[mm]位置を1として、1に近いほど壁面に近づいていることを意味する。図12に X_r の変化を示す。本計算では、乱流モデルとして、Smagorinskyモデルを採用しており、図中の(a)に相当する。気流が速度を持つ0.25[s]近傍から水流位置は気流側へと移動し、 $V_{in,air} = 28.3$ [m/s]以上ではその位置が振れることが分かる。また、最終的に $V_{in,air} = 39.4$ [m/s]では壁面に付着し、この挙動は図11に示したように実験と一致する。ここで、乱流モデルをSSTモデルに変更した場合(図12(b))、水流の挙動は安定し $V_{in,air} = 28.3$ [m/s]において既に壁面に付着してしまう。一方、乱流モデルを用いない場合(図12(c))については、 $V_{in,air} = 39.4$ [m/s]においても壁面に付着することはなく、実験結果と定性的に一致しない。以上より、本件で扱った「ノズル濡れ問題」においては、乱流モデルの選択が現象の定性的な再現に大きく影響を及ぼすことが分かった。

本問題では、水ノズル近傍領域における水流のふるまいについて数値計算と検証実験を行ったが、令和4年度では、水流に空気流をあてることで、より下流の水滴の飛散挙動に着目して計算と実験を行う予定である。

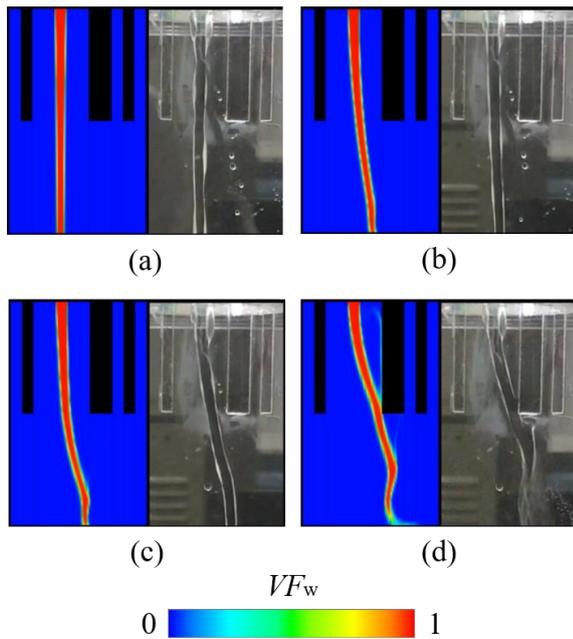


図11 計算結果(左)と実験結果(右)の比較
 (a) $V_{in,air} = 0[m/s]$, (b) $V_{in,air} = 16.6[m/s]$,
 (c) $V_{in,air} = 28.3[m/s]$, (d) $V_{in,air} = 39.4[m/s]$

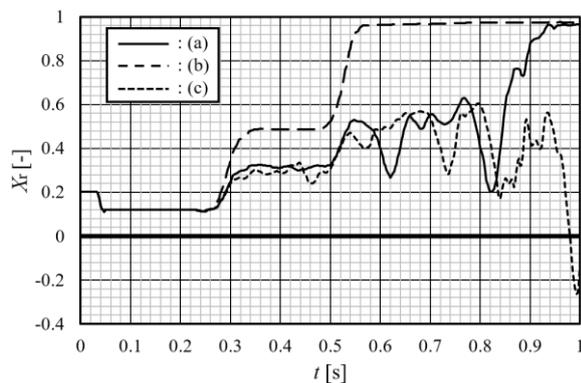


図12 $y = 50[mm]$ における水流位置の時間変化
 (a) Smagorinskyモデル使用, (b) SSTモデル使用,
 (c) 乱流モデル不使用

4 結言

県内企業からのニーズが多い多相流関連の問題に広く対応可能とするべく、3つの具体的な現象を対象として数値計算を行った。

まず、気液間の表面張力が支配的となる現象として選択した「液滴振動問題」では、楕円形の初期配置とした水滴の表面張力振動が観察され、その周期は線形理論から予測されるそれによく一致した。解の解像度依存性も低く、定量的な計算を行うことができたと考えられる。

また、「液滴振動問題」の発展的な問題と位置付けた「液滴中の気泡排出問題」では、気泡に与えた初速度がある値よりも大きくなると水滴から気泡が排出され、その値に満たないと気泡が残留する様子が観察された。現時点では本計算の比較対象とする理論や実験がないために計算の妥当性については言及できないが、本数値計算モデルは工業的な応用範囲の広い液滴中の気泡の排出可能性を探るためのモデルとなる可能性がある。ただし、気泡形状が初期条件よりも圧縮される現象が発生しており、その原因追究は今後の課題である。

次に、液体の慣性が支配的となる現象として選択した「ノズル滞れ問題」では、気流によって水流が吸い寄せられる様子やノズル壁面に付着する様子が、数値計算と検証実験とで一致した。乱流モデルを変更して同様の計算を行ったところ、Smagorinskyモデルを採用した場合には実験結果を再現できた一方で、SSTモデルを用いた場合、乱流モデルを用いなかった場合には、ノズル壁面に付着する現象を再現することができなかった。令和4年度は本問題を発展させて、微粒化後の水滴の挙動に着目して研究を進める予定である。

参考文献

- 1) 「みやぎ発展税」の活用について
<https://www.pref.miyagi.jp/soshiki/fukensui/hatenzei.html>
- 2) O., A., Basaran. Nonlinear oscillations of viscous liquid drops. J. Fluid. Mech. 1992, 241, p. 169-198.
- 3) NEW YORK DOVER PUBLICATIONS. HYDRODYNAMICS. Sixth Edition, 1932.

【短報】

【令和3年度～令和4年度 地域企業競争力強化支援事業】

環境発電, 多点センシング, ビッグデータ処理を活用した県内産業の高度化

小野 仁, 中居 倫夫, 今井 和彦, 太田 晋一, 荒木 武^{*1}, 高野 寛己, 林 正博

機械電子情報技術部

(^{*1}現 自動車産業支援部)

多数のセンサを異なる場所に配置しデータを収集する多点センシングはIoTの重要な要素だが、地域企業が独自に様々な部品を選択編成し、動作するシステムにまで持って行くことは困難である。また、多点センシングを行う無線センサの電源として環境発電の応用が進んでいるが、宮城県に環境発電デバイス関連企業が集積している中で、これらの企業が単独でIoTシステムを構築することは困難である。

一方で多点センシング等により得られるデータは膨大な量となり、画像処理等において使用されるビッグデータ処理技術の活用が必要となるが、地域企業が単独で当該技術を導入することは困難である。

そこで、本研究では、数百台接続可能、環境発電応用可能、カスタマイズ可能な自立多点データ収集IoTシステムを開発し、地域企業等へ技術移転するとともに、多点分光/3D画像検査機器を用いた測定技術と、画像処理AI技術を、地域企業が導入しやすい形で技術移転することを目標に研究を実施している。

今年度は、自立多点データ収集IoTシステムを開発し、地域企業と共同で、室温の高精度測定、地震検知への応用、環境発電の応用を試みた。また画像検査装置の精度確認を行い、画像処理AIの最新技術について調査を行ったので報告する。

キーワード: IoT, AI, 多点センシング, 環境発電, 画像処理, 画像検査

1 緒言

無線センサは配線不要で手軽にデータを取得可能であり、多数設置するほど有線センサに対して優位だが、地域企業に浸透しているとは言い難い。この理由の一つとして、多数の無線センサを中小企業が保有しようとすると、そのためのコストと得られたデータを活用するためのコストに対して、得られるメリットがどの程度か、事前に判断し難いことがある。

そこで多点データ収集IoTシステムを当センターが構築し、可視化ツールも含めて地域企業に提供すれば、地域企業の競争力向上に役立つと考えた。なお、多数の無線センサをメンテナンスフリーにするためには環境発電の活用が必要である。

一方で多点センシングによって得られたデータはギガバイトを超える膨大な量になり、その処理には画像検査や画像処理AIにおいて活用されるビッグデータ処理技術が必要になるが、近年、高機能かつ習得容易なプログラミング言語(Python等)や、言語によらないグラフィカルなプログラミング技術の発展により、以前と比べ格段に地域企業が導入しやすくなっている。そこでこれら

の技術を当センターが導入し地域企業に技術移転することを目標とした。

2 多点データ収集IoTシステムの開発と応用

2.1 多点データ収集IoTシステムの開発

多点データ収集IoTシステムは図1の通り多数の無線センサ、1台の受信機、データ表示・保管用のパソコンから構成される。

無線デバイスとしては昨年度までの研究により開発したモジュール化IoT体験キット¹⁾を用いた。IoT体験キットは安価な市販の部品で構成され、コイン電池で1年以上動作可能で、無線デバイスの交換が可能な無線センサである。また、コイン電池を環境発電に置き換えることにより、容易に自立電源化できる。

受信側のパソコンではデータはテキスト形式で保管され、100台程度までの無線センサからの受信データをリアルタイムでグラフ表示可能であることを確認した。

ソフトウェアは、データ受信部分はPython、グラフ表示部分はJavascriptを用いて構築したため、OSの種類によ

らず動作が可能で、クラウド化も容易である。

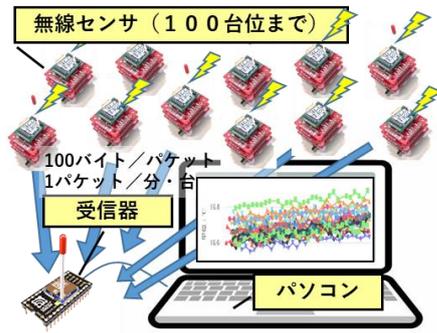


図1 多点データ収集IoTシステム

2.2 室温の高精度測定への応用

金型部品や装置部品には μm 単位の加工精度を求められる場合があるが、金属の熱膨張係数は一般に $10\mu\text{m}/\text{K}$ (1mあたり)以上であるため、精密加工を行う工場においては、精密な室温管理が要求される。一方で空調の数は限られるため、場所による室温の違いが発生することは避けられない。そこで、多数のセンサを用意し、それぞれを加工機の近くに置くことにより、より精密な温度管理が可能となる。

プラスエンジニアリング(株)は仙台事業所の微細加工棟においてそのようなニーズを持っているため、多点データ収集IoTシステムを用いた測定を共同研究により実施中である。

多点データ収集IoTシステム30台の、気温 23°C での気温測定精度を、当センターにある恒温恒湿槽(PSL-4KPH)により確認した結果を図2に示す。全ての無線センサの温度測定結果が基準センサ((株)ティアンドデイ社 TR-1106:測定精度 $\pm 0.5^\circ\text{C}@-40\sim 80^\circ\text{C}$)による測定値の $\pm 0.2^\circ\text{C}$ 以内であった。

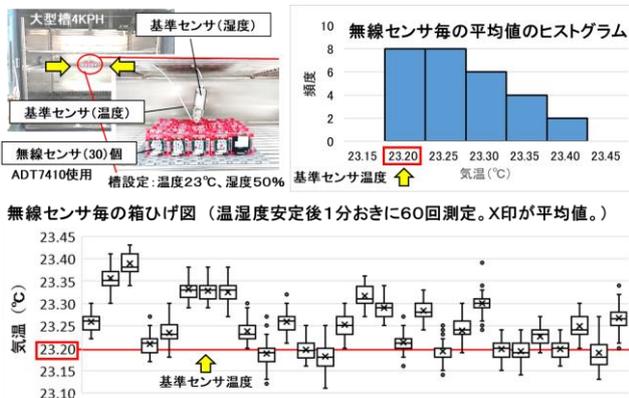


図2 多点データ収集IoTシステム気温測定結果

2.3 多点センシングの地震検知への応用

精密加工の現場においては、地震が起きた際、装置の状態を判断したり、放電加工において発火を防止したりするため、一定以上の震度の地震の加速度を知りたいというニーズがある。また、宮城県内の組織においても同様のニーズがある²⁾が、多点センシングを応用すれば、安価な地震加速度評価システムを構築できる可能性がある。

そこで、図3のように多点データ収集IoTシステムに搭載された三軸加速度センサを用いて地震の加速度振幅を測定することを試みた。なお加速度測定は簡易的手法³⁾により370ミリ秒毎に120回測定後、1分毎に振幅を算出し無線送信した。結果として震度5強において加速度振幅が検出可能で、設置位置や方向による違いも検出可能であることが分かった。

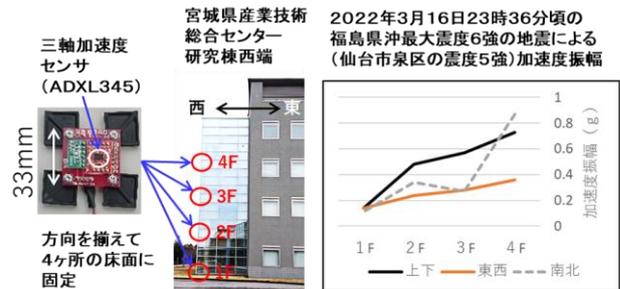


図3 多点データ収集IoTシステム地震検出結果

2.4 多点センシングの工程見える化への応用

東北特殊鋼(株)共同で工場内の熱処理炉の稼働状況を遠隔からモニタリングしている⁴⁾が、今年度から監視対象を10台に増やして運用中である。なお、データ表示ソフトウェアは東北特殊鋼(株)が内製した。

2.5 環境発電の活用

プラスエンジニアリング(株)に設置した多点データ収集IoTシステムの一部について、電源をコイン電池からアモルファス太陽電池に置き換え、室内光による気温測定を試行中である。

また、東北特殊鋼(株)が開発した鉄コバルト系振動発電体に蓄電回路⁴⁾を組み合わせた一体化環境発電ユニット¹⁾について、さらに無線センサまで含めた一体化を共同研究により試行中である。

(本節の文責 小野 仁)

3 中小企業が導入しやすい画像検査技術の確立

当分野においては、これまで、新規導入した多点分光画像検査機器(HSC:ハイパースペクトルカメラ)によるインライン欠陥検出技術を開発¹⁾し地域企業への技術支援に活用しているが、支援の更なる高度化に向けて、安価かつ簡便な測定精度評価手法の確立が重要な課題となっている。今回、HSC用の測定精度評価システムを構築し、実際に評価を行った結果を報告する。

HSCは、図4に示す通り100波長以上もの非常に細かい波長分解能で分光イメージングが可能な機器であり、近年普及が始まりつつある先進技術かつ高いポテンシャルを有する。一方、そのようなフェーズの機器であることから、測定精度の評価/校正機能を標準搭載している機種は少なく、測定精度を維持管理するためには機器メーカーに有償でメンテナンスを依頼する必要がある。これをユーザー側で安価かつ簡便に実施することが可能であれば、切れ目無く、高い信頼性に基づく測定が可能となり、地域企業が多点分光による画像検査技術を導入しやすくなるとともに、同技術の普及や市場拡大にも貢献できると考える。よって、本研究では、HSC用の広帯域かつシンプル・低コストな測定精度評価システムを構築することを目的とし、その有用性を確認する。

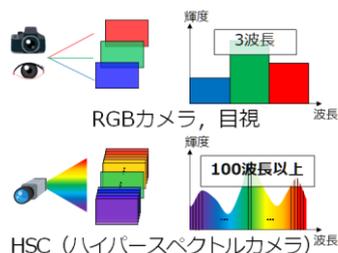


図4 HSCの特徴

次に、測定精度の具体的な評価内容について説明する。HSCは、サンプルと標準白色板それぞれについて分光画像を撮影し、前者を後者のデータで除算することで相対的な分光反射率画像を算出するため、波長と反射率の測定精度が重要である。

波長については、それが既知のピーク（吸収や輝線）を測定し、測定値と標準値とのピーク位置の誤差を評価する。反射率については、サンプルとして分光反射率が既知の標準反射板を測定し、算出された分光反射率と標準値との誤差を評価する。HSCでは、面内のあらゆる測定点において、上記の波長と反射率の精度を評価する必要がある。

これらの要求を満たすために構築した評価システムの模式図を図5に示す。ハロゲン光源から出射された平

行光は標準反射板（波長測定精度を評価する場合は、既知の波長に吸収ピークを持つ酸化物がドーブされたものを用いる）にて反射し、積分球にて拡散反射を繰り返すことで輝度が均一化されるため、面内で均等なスペクトルを持つ光をHSCで測ることができる。この測定値を標準反射板の標準値と比較することで、面全体で波長や反射率の測定精度を評価することが可能となる。

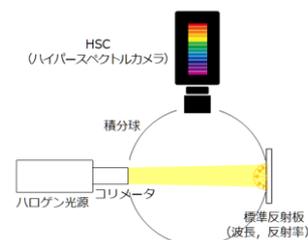


図5 測定精度評価システムの模式図

実際に構築した評価システムの外観写真および構成部品を図6に示す。多様なHSCに対応できるよう、可視域から近赤外域に渡ってなるべく広い波長域で利用可能な性能とし、同時にシンプル・低コスト化を実現するため全てカタログ品にて構成した。



図6 測定精度評価システムの外観および構成部品

この評価システムを使って、当センターが所持するHSC2機種(①, ②)の測定精度を評価した。①は可視域中心で波長帯域380~1,000nm（分解能5nm）、1,200×1,024pixelであり、②は近赤外域中心で波長帯域900~1,700nm（分解能10nm）、400×320pixelである。プッシュブルーム方式であり、イメージセンサをカメラ内部で走査することでハイパースペクトル画像を得る。

最初に、波長測定精度の評価結果として、図7上段にHSC①の結果を示す。カメラに入射した光は、特定のラインの光が縦方向に分光され、イメージセンサ上1shotで横方向(X軸)に1,200本のスペクトルが得られるが、ここから代表値としてX=1,101, ..., 1101の12個のデータを抽出しグラフに表示している。測定されたどのスペクトルも吸収ピーク波長は標準値とほぼ一致し、最大でも誤差は5nm程度、つまり波長分解能と同等のレベルに抑えられており、良好な測定精度が確認できた。図7下段にはHSC②の結果を示すが、誤差は10nm程度であり、同様に良好な精度が確認できた。

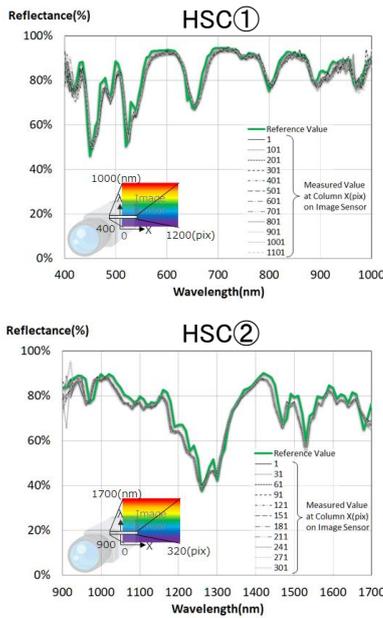


図 7 波長測定精度の評価結果

次に、反射率測定精度の評価結果として、図8上段にHSC①の結果を示す。測定値について、グラフ両端ではイメージセンサの感度が低くノイズによる影響が見られるが、これらを除外すると、標準反射板の標準値(平均反射率75%)とほぼ同じ反射率が得られており、同一波長における平均値の誤差は1~2%程度以下と良好な精度が確認できた。なお、図には示していないが、平均反射率50%、2%の標準反射板でも同様の結果が得られている。図8下段にはHSC②の結果を示すが、こちらも同様に良好な精度が確認できた。

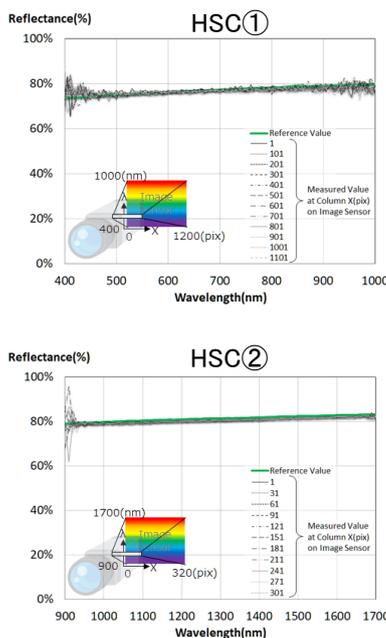


図 8 反射率測定精度の評価結果

最後に、反射率測定精度に直接影響する誤差要因として、イメージセンサ各画素の入出力リニアリティ特性を評価した結果について述べる。図9上段にHSC①の結果を示すが、代表値として波長700nmにおけるX=1,101,⋯,1101の12個のデータを抽出しグラフに表示した。ここで、横軸には露光時間(光子の数に比例)、縦軸左側には最大値で正規化した出力値、縦軸右側にはリニアリティ誤差をプロットし、上下方向のエラーバーは10回測定時の標準偏差 σ の範囲を示している。結果、リニアリティ誤差は1~2%程度以下かつ測定の繰り返し性 σ と同等以下であることから、前項の高い反射率測定精度を裏付ける結果となった。なお、他の波長についても同じような結果が確認できており、また、図9下段のHSC②も同様である。

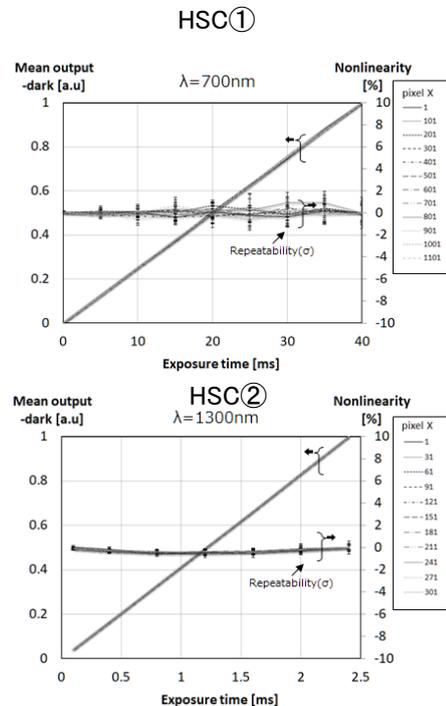


図 9 イメージセンサのリニアリティ特性評価結果

以上、HSC用の測定精度評価システムを構築し、HSC2機種について波長と反射率の測定精度およびイメージセンサのリニアリティ特性を実際に評価することで、その有用性を確認した。本システムを用いることで、ユーザーが定期的に自力で測定精度を点検することが出来、機器の適切な維持管理に繋がることが期待される。質の高い測定を通じた地域企業への技術支援や、HSCの普及・市場拡大の一端となれば幸いである。

(本節の文責 荒木 武)

4 中小企業が導入しやすい画像処理AI技術の開発

昨今、製造現場において画像処理 AI 技術が注目されている。画像処理 AI 技術を用いた製品の良否判定は、従来の目視検査に比べ、大幅な人員コスト削減が期待され、導入効果も大変大きいものである。

その一方、開発や導入にあたり幾つかの課題が発生し、実用に至らない場合がある。

例えば、AI に与える教師データが不足することおよび不良品のデータが収集できないことなどにより、AI の性能が実用上、十分ににならないことが挙げられる。

また、AI に与える教師データを用意するアノテーション作業が現場の負担となり、導入の妨げとなっているという現状も見受けられる。

本節では、こうした製造現場での AI 開発や導入にあたる諸課題に対して、それらを解決しうる異常検知 AI および高機能アノテーションツールの最新技術に関する調査を行った。

4.1 異常検知 AI

画像処理に用いられる AI 技術は、深層学習 (Deep Learning) とよばれる手法に分類される。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。

従来、製造現場での良否判定に用いられる深層学習技術は、画像分類を中心としたものであった。

画像分類で広く用いられる AI アルゴリズム (ニューラルネットワーク) である ResNet や DenseNet は自然画像の分類コンテスト ILSVRC において高い識別性能を誇る⁵⁾が、その学習では各物体カテゴリに対して非常に膨大な画像データが必要となる。こうしたニューラルネットワークは非常に分類性能が良いものの、OK 品が多く NG 品が少ない製造現場で応用することは困難である。

そこで、一般にこうした画像分類とは異なる異常検知 AI について Future Processing 社の画像処理 AI ソフトウェア Adaptive Vision を用いて実験を行い、画像分類 AI との比較およびその実用性について検討を行った。Adaptive Vision は汎用的な画像処理が GUI で行える有償の画像処理ソフトウェアである。

本実験では、工業製品のサンプルとしてオープンデータセットの一つである MVTecAD⁶⁾と呼ばれる工業製品の画像検査向けに作成された画像データセットを用いた。15 カテゴリの工業製品からなり、それぞれに良品

画像と複数種の欠陥画像、欠陥領域を図示したアノテーション画像が含まれている。

本研究では MVTec AD のうちタイル及びカプセルの画像データを用いて Adaptive Vision の異常検知 AI アルゴリズム (DetectAnomalies1) を用いた実験を行った。

AI の訓練画像は、タイルに関して正常品 60 枚、異常品 10 枚、カプセルに関して正常品 45 枚、異常品 5 枚を用意し学習を行った。同じ画像を用いて、Adaptive Vision の画像分類 AI アルゴリズム (ClassifyObject) についても学習を行った。

評価結果について、異常検知 AI ではタイル、カプセルの NG 検出率がそれぞれ 88%、100%であったのに対して、画像分類 AI ではそれぞれ 50%、0%であった。(評価枚数タイル 8 枚、カプセル 6 枚。) また、NG 画像の検出例として図 10 に示す。それぞれタイル、カプセル画像に対して異常箇所領域が赤色系で示され評価画像が異常と正しく予測された例となっている。

上記実験を通し、訓練画像について正常品が多く異常品が少ない不均衡なデータに対しても異常検知 AI を用いることで正否判定が可能となることが示された。

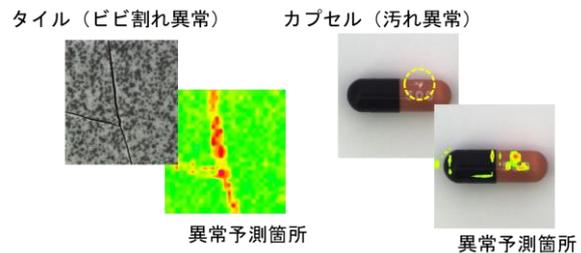


図 10 NG 評価画像と異常予測箇所

4.2 高機能アノテーションツール

画像処理 AI を導入するに当たり、AI に教えるデータのアノテーション作業が必要となる。物体検出では画像と画像上の物体を矩形で囲んだ位置データの 2 種が必要となる。またセグメンテーションでは画像と画像上の物体を多角形などで囲んだピクセル単位のマスクデータが必要となる。特に、セグメンテーションは画像上の対象を多様な形状で選択する必要があり、アノテーション作業が煩雑である一方、高機能なアノテーション機能を有するソフトウェア導入により、作業がある程度簡便となる。

Intel のオープンソースのアノテーションソフトウェア Computer Vision Annotation Tool (CVAT) は AI の学習データ作成に有用なものである。導入にあたっては、引用⁷⁾を参考にコンテナ型仮想環境 Docker での環境構

築をすることで、ブラウザ上でアノテーション作業が可能となる。

他のアノテーションソフトウェア (VoTT, labelme 等) についても導入を進めており、種々のアノテーション作業に対して有効なツールを提示することを検討中である。

(本節の文責 高野 寛己)

5 結言

多点データ収集IoT システムの開発と応用においては、100 台程度までの無線センサからのデータを1 台の受信器で受信し、リアルタイムでグラフ表示するシステムを構築し、地域企業と共同で温度精度を確認した。また地震の検出に応用できることも確認した。

中小企業が導入しやすい画像検査技術の確立においては、ハイパースペクトルカメラの精度評価システムを構築し、波長及び反射率の測定精度を確認した。

中小企業が導入しやすい画像処理 AI 技術の開発においては、異常検知 AI と高機能アノテーションツールについて調査検討を行った。

参考文献

- 1) 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,宮城県産業技術総合センター研究報告, 18, 2021, p.27-30
- 2) 小野仁 他:防災重点ため池の地震加速度の監視,及びそのための簡易自立電源の開発,宮城県産業技術総合センター研究報告, 19, 2022, p.115
- 3) 小野仁 他:スイッチング回路を応用した省エネルギー・エネルギーハーベスティング技術の開発,宮城県産業技術総合センター研究報告, 13, 2015, p.6
- 4) 特許第6796843号「蓄電回路」(宮城県)
- 5) Md Zahangir Alom ほか:The History Began from AlexNet A Comprehensive Survey on DL Approaches (2018)
- 6) Paul Bergmann ほか:MVTec AD - A Comprehensive Real-World Dataset for Unsupervised Anomaly Detection, CVPR, pp.9592-9600(2019)
- 7) <https://opencvtoolkit.github.io/cvat/docs/administration/basics/installation/>

【短報】

【令和3年度～令和4年度 県単独試験研究】

機械学習を用いた時系列データ解析

岩沢 正樹, 阿部 宏之
機械電子情報技術部

半導体式ガスセンサにより測定した時系列データに対して、ガス濃度予測用回帰モデルの構築に取り組んだ。時系列データからの特徴量抽出には、変化点検知アルゴリズムとしてガス濃度を予測する時のリアルタイム性向上が期待できるChange Finderを採用した。先行研究と同じ構造のニューラルネットワークで学習・推論した結果、予測値分布の平均値においては、同レベルの結果が得られた。

キーワード：時系列データ、回帰モデル、変化点検知、Change Finder、半導体式ガスセンサ

1 緒言

近年、深層学習に代表される機械学習分野の発展は著しく、その活用の幅が広がっている。特に、画像分野・自然言語処理分野では、様々な成果が報告されている^{1), 2)}。また、経済産業省では、AI 導入ガイドブックを作成し³⁾、中小企業へのAI 導入を推進している。このような状況の中、機械学習を自社の事業に活用し、成果を上げている中小企業が現れ始めている。企業の製造現場においては、設備や装置の寿命予測や異常検知などの重要性が高い課題へ、機械学習の適用が期待されている。本県においても、各種センサからの信号の時間変化を記録した時系列データを活用した異常検知、寿命予測に取り組む企業からの支援依頼が予想され、当所での技術支援の拡充が急務となっている。そこで、今後の当所での技術支援の拡充を目的として、機械学習を用いた時系列データ解析の取組を行った。具体的には、当センターで開発中の半導体式ガスセンサ⁴⁾で測定した電流値の時系列データを活用して、ガス濃度予測の回帰モデルの構築を題材とした。本検討においては、先行研究⁴⁾の結果を検証するとともに、今後のアルゴリズム改訂時との比較基準となるプロセス・結果を検討するために、幾つかの視点で新しい試みを加味した。

2 モデル構築

2.1 データの測定

開発中のガスセンサは、検出対象ガスに対するセンサの出力電流の変化でガス濃度を検出する⁴⁾。実際の測定では、2チャンネルの半導体パラメータアナライザを用いたため、1枚のガスセンサ基板上に形成されている6本のセンサ素子のうち2本からの出力電流値がそ

れぞれ同時に記録される。具体的には、ガスの導入・排出が可能な配管の付いた金属製の容器内にガスセンサを設置し、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。一定の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。さらに一定の時間が経過した後に、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流した。各ガスの流量を50ml/minとした。図1に1回の測定で得られた2本のセンサ素子の典型的な応答特性を示す。測定開始後、経過時間100秒及び300秒で空気から検出対象ガスへ切り替え、経過時間200秒及び400秒で検出対象ガスから空気に切り替え、経過時間500秒まで出力電流の記録を継続した。ここで、使用した検出対象ガスは、市販の4種混合ガス(一酸化炭素:0.30%, 酸素:20.30%, ヘリウム:10.20%, 窒素:69.20%)である。本稿には示していないが、濃度の異なる7種類の検出対象ガスに対して、2本のセンサ素子で出力電流値の測定を行った。測定データは、時間と2本のセンサ素子の出力電流値がセットになった(ペアになった)時系列データで、2回のガス濃度検出が1つのファイルに記録されている。

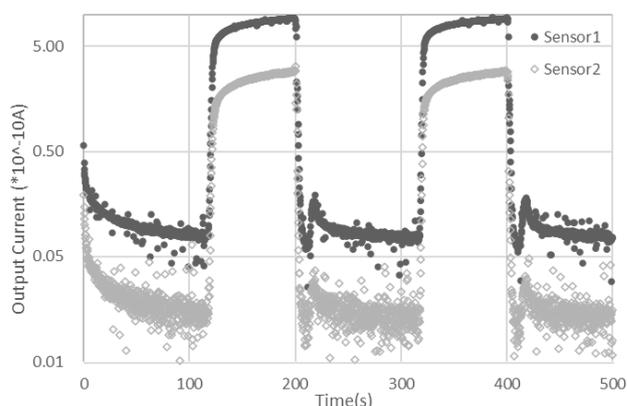


図1 2本のセンサ素子の典型的な応答特性

2.2 データセットの作成

先行研究⁴⁾と本検討での前処理までの処理内容の比較を図2に示す。先行研究⁴⁾では、測定の結果得られた時系列データが記録されているファイルに対して、ペアのままスムージングや外れ値除去などの非線形演算を含む前処理を実施している。本検討では、センサ素子のデータを1本ずつに分離し、数値誤差を招きかねない非線形処理をせず、スパイクノイズだけを除去した。

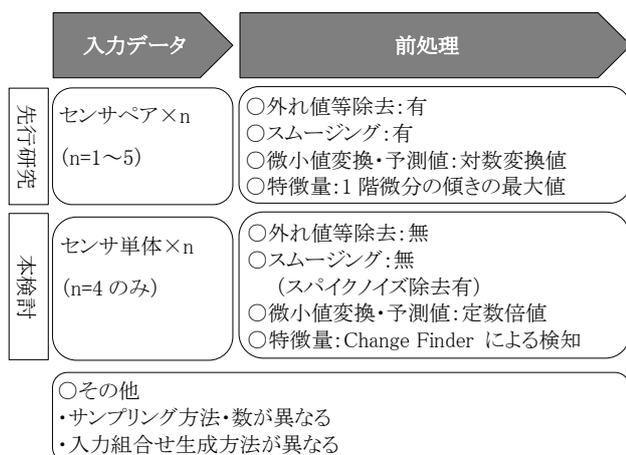


図2 前処理までの処理内容の先行研究⁴⁾との比較

また、先行研究⁴⁾では、予測に用いる特徴量として「出力電流値の1階微分の最大値」を採用している。この方法によって、一般的に用いられる飽和した電流値よりも短時間で特徴量の取得が実現し、短時間での濃度予測が可能となる。一方で、最大値を取得するために、ある時間・区間を設定する必要がある。その区間終了後にしか最大値としての判定ができない。つまり、区間などがハイパーパラメータとなり、ガス濃度の検知システムに応じて設定し、調整する必要がある。そこで、できるだけ汎用的にリアルタイム性を高めるために、リアルタイムに逐次取得し蓄積されるデータから、値の変化を検出する変化点検知アルゴリズムの活用が必要となる。本検討では、特徴量抽出の方法として、変化点検知アルゴリズムの一つである Change Finder^{†, 5), 6)}に注目し、データセットを作成した。

Change Finder は、時系列データの変化点を検知するアルゴリズムであり、二段階学習を行うことを特徴としている。第一段階では、外れ値検知を目的として与えられた時系列データの確率モデルを学習する。平滑化の

後に、第二段階での学習において変化点をスコアリングして検値を実施する。言い換えると、Change Finder では、過去のデータから得られた確率モデルと、今、得られたデータとを比較し、その確率モデルからの変化度合を検出し、スコアとして出力している。擬似的な時系列データに対して Change Finder を適用した変化点検知の例を図3に示す⁷⁾。点線が擬似信号となる時系列データであり、実線が Change Finder を適用した結果のスコアである。信号が上下に変化した点におけるスコアが高くなっており、変化点を検知していることが分かる。このことは、ガスの検知状況の変化検出が可能であることを示唆している。

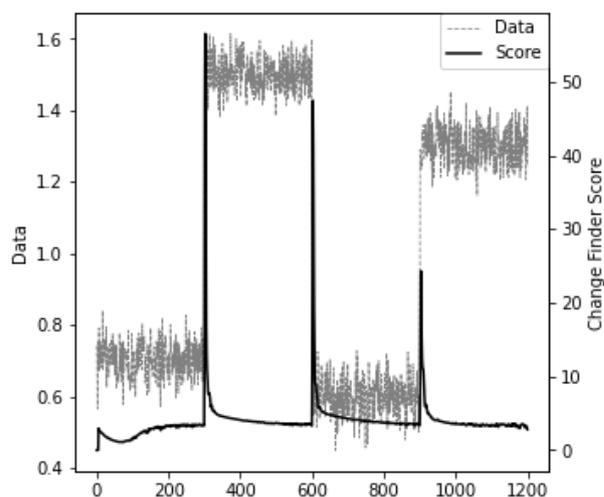


図3 Change Finderによる変化点検知の例⁷⁾

2.3 ニューラルネットワークを用いた回帰モデル

回帰モデル構築時に学習・推論で用いたニューラルネットワークの構造、最適化手法、およびパラメータは、比較のため先行研究⁴⁾と同一のものとした。図4に、入力パラメータ4、出力パラメータ4の場合のニューラルネットワークの構造を示す。5層の隠れ層(ノード数は各1,024, 512, 256, 128, 64)を全結合(網掛け部分)で接続している。

† 登録商標第 4894610 号

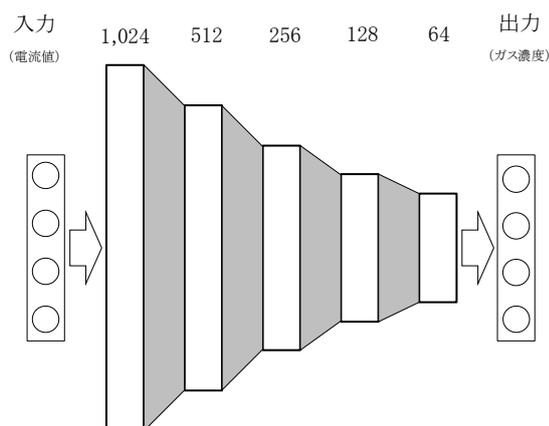


図4 ニューラルネットワークの構造(入力パラメータ4の場合)

作成したデータセットの検出対象ガス7種類の CO ガス濃度、濃度毎のデータ数およびニューラルネットワークに対する計算時の用途を表 1 に示す。CO ガス濃度 7 種類のうち、5 種類を学習に、残り 2 種類を推論に利用した。データ数を各濃度同一個数とした。これらのデータからニューラルネットワークの入力パラメータ数に応じた順列を生成し、そのうち 1,024 個のデータ組をランダムサンプリングした結果を入力データとして学習・推論に活用した。

表1 COガス濃度毎のデータの数とその用途

	CO濃度	データ数	用途
1	0.30%	36	学習
2	0.10%	36	学習
3	0.05%	36	学習
4	0.04%	36	推論
5	0.03%	36	学習
6	0.02%	36	推論
7	0.01%	36	学習

2.4 計算環境

学習ならび推論に用いた計算機環境を以下に示す。

CPU: Intel(R) Core(TM) i7-10750H CPU
 GPU: NVIDIA GeForce RTX 2060, CUDA 11.0
 OS: Windows 10 Pro バージョン 21H2
 (OMEN by HP 15-dh1002TX上で構築)

また、今回の実装で利用したソフトウェア環境を以下に示す。ここで、Change Finder の実装には、独自に実

装せず、pipコマンドによりインストールされる Changefinderパッケージを利用した。

Python 3.8.10
 Tensorflow 2.4.1
 Keras 2.4.3
 Changefinder 0.03

3 結果と考察

3.1 Change Finder による特徴量抽出

Change Finder による特徴量抽出を行った結果を図5に示す。点線がスパイクノイズ除去後の電流値であり、実線がChange Finderを適用した結果のスコアである。横軸は、経過時間である。黒三角、黒四角、黒丸は、それぞれChange Finderを適用した結果得られた立ち上がり点と立ち下がり点、およびフラット部(後述)の点である。

データセットの電流値の変化としては、ガスを検出した立ち上がり期と、ガスの検出が終わった立ち下がり期がある。図5(a)は該当区間でChange Finderのスコアが高くなることで、立ち上がり点と立ち下がり点を検出できた事例である。図5(b)のように、Change Finderのスコアが適切な値とならず、立ち上がり点を検出できなかった事例があった。これは、Change Finder のアルゴリズムが、過去のデータから変化を検出するため、変化が比較的なだらかなデータやその変化がノイズに埋もれてしまう場合などは変化を検出しにくいことが原因である。

リアルタイム性を重視するのであれば特徴量として、立ち上がり点の変化点を活用すべきであるが、変化点を検出できなかった事例があった。加えて、本検討は比較基準として、ガス濃度を適切に反映した電流値との回帰モデルを目指している。そこで、立ち下がる前の変化が少ない飽和した区間(フラット部)での電流値を特徴量として採用した。具体的には、フラット部間として、Change Finderで検出した立ち下がり点から約20ミリ秒前(100ポイント前)の点を特徴量とした。

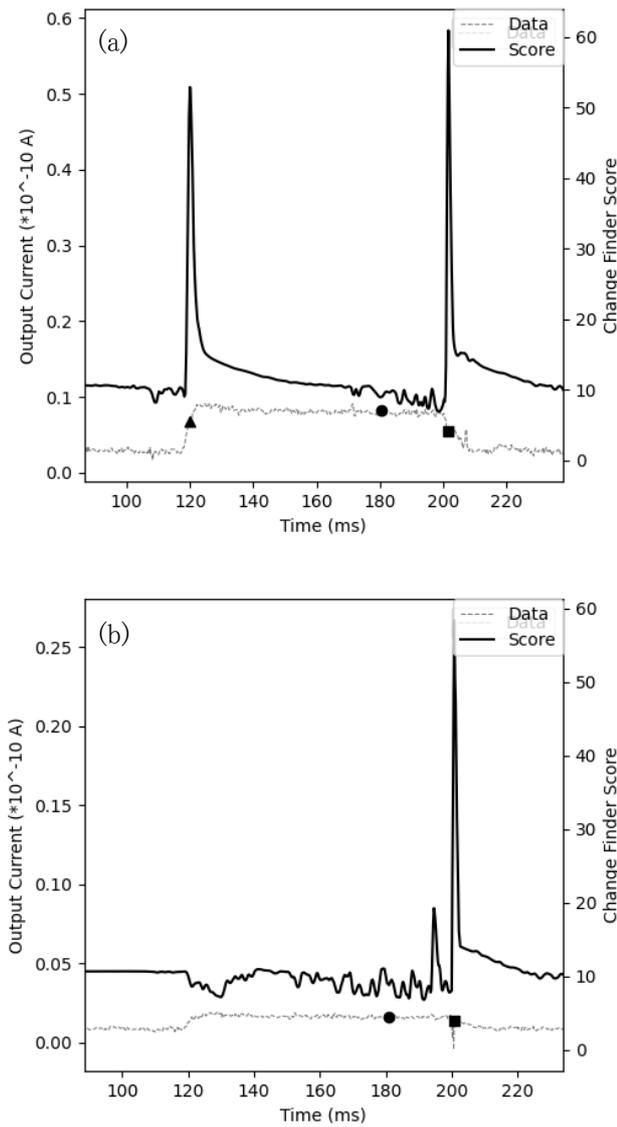


図5 Change Finderによる変化点検知。立ち上がりを検出できた場合(a)とできなかった場合(b)

3.2 ニューラルネットワークを用いたCO濃度の推論

先行研究⁴⁾と同様に、CO濃度0.04%と0.02%の場合に対して、入力パラメータ4、出力パラメータ4(4種ガス)としてニューラルネットワークを用いた推論を実施した。測定データをセンサ2本のペアからセンサ単体のデータに分割し、入力データの組合せを作成した結果、組合せ数が膨大となったため、計算機環境との兼ね合いから入力数を4とした。

図6にCO濃度の正解値が0.04%(a)と0.02%(b)での推論結果を示す。点線がCO濃度の正解値であり、実線が予測値の平均値、ヒストグラムは予測値の分布を示している。CO濃度の正解値が0.04%と0.02%の場合において、本検討の結果と先行研究⁴⁾を再計算した結果との比較

を表2に示す。なお、先行研究⁴⁾では、入力数を2, 4, 6, 8, 10と変化をさせているが、今回は入力数4の場合のみ再計算した。ここで、平均は、推論の結果得られた予測値分布の平均値であり、標準偏差は、予測値分布の標準偏差である。

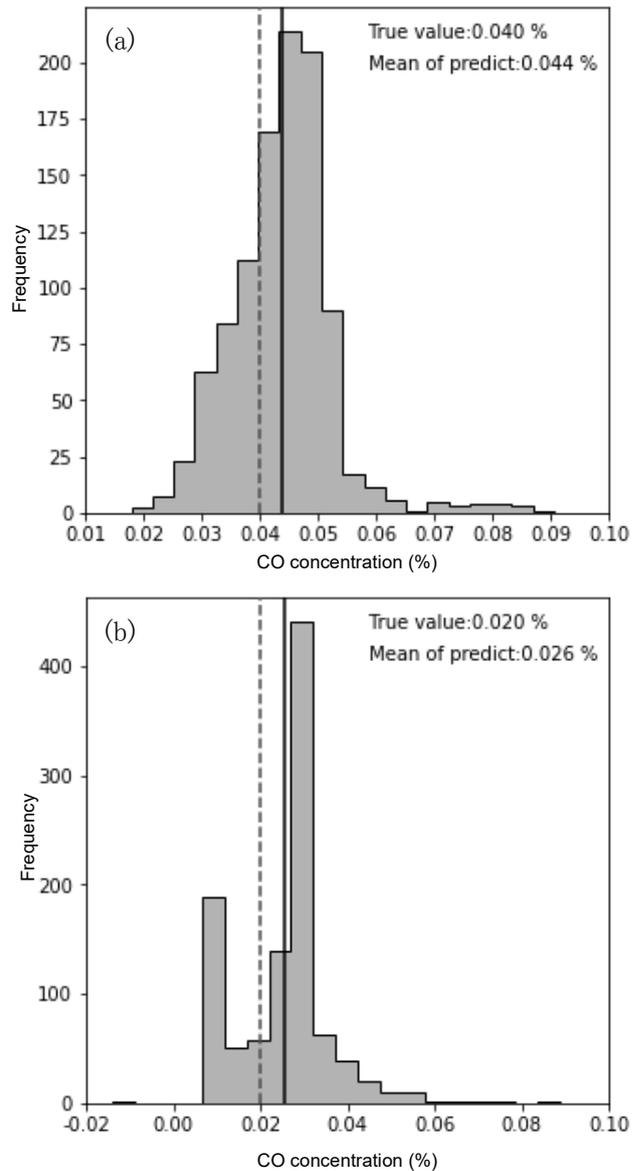


図6 CO濃度の正解値が0.04%(a)と0.02%(b)での推論結果を示すヒストグラム

表2 CO濃度の予測値の平均値と標準偏差の先行研究⁴⁾との比較(入力数4)

CO濃度	0.04%		0.02%	
	先行研究	本検討	先行研究	本検討
平均	0.0454%	0.0438%	0.0174%	0.0256%
標準偏差	0.00478	0.00867	0.00222	0.0104

本検討では、できるだけ前処理を実行しない方針として
いる中であって、先行研究⁴⁾と比較して、平均が同等
の値となっている。その一方、予測値分布の標準偏差
が悪くなっている。これは、スムージング等の前処理を
実行していない分、予測結果がノイズ・外れ値等の影響
を受けていると考えられる。

4 結言

本検討では、開発中のガスセンサで測定した時系列
データを用いた回帰モデル構築の検討を行った。その
結果、Change Finderによる特徴量抽出の可能性が示
唆された。また、推論結果の平均においては、先行研
究⁴⁾と同程度の結果を得ることができたが、標準偏差で
は改善が必要であることが示された。

今後、適切な前処理の検討などを行い、先行研究⁴⁾
の結果と比較しながら、時系列データ解析に関する知
見を深めていくことを予定している。

謝辞

本研究を進めるにあたり、有益な助言を頂いた東北
大学 庭野 道夫 名誉教授、東北福祉大学 岩田 一
樹 准教授に謝意を表します。

参考文献

- 1) 岡谷 貴之, “深層学習とその画像応用に関する最
新動向”, 日本画像学会誌, 2017, 56 (2), p.157-
162
- 2) 堀田 一弘, “ディープラーニングに基づく画像認識
の更なる進展—教師なし表現学習とTransformerを
中心として—”, 電子情報通信学会 基礎・境界ソサ
イエティ Fundamentals Review, 2021, 15(4) 4, p.
258-267.
- 3) 経済産業省, “中小企業向けAI導入ガイドブック”,
2022
<https://www.meti.go.jp/press/2022/04/20220408001/20220408001.html> (参照 2022-05-23)
- 4) 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”, センサ・マイクロマシンと応用シ
ステム」シンポジウム論文集 電気学会センサ・マイ
クロマシン部門 [編], 2020.
- 5) 山西健司. データマイニングによる異常検知. 共

立出版, 2009.

- 6) J. Takeuchi and K. Yamanishi, “A Unifying
Framework for Detecting Outliers and Change
Points from Time Series”, IEEE Transaction on
Knowledge and Data Engineering, 2006, 18(4),
p.482-492
- 7) <https://argmax.jp/index.php?changefinder> (参照
2022-05-23)

【短報】

【令和2年度～令和4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(2) — 素材先端技術活用推進事業 —

今野 奈穂, 四戸 大希, 佐藤 勲征
(Nao Konno, Daiki Shinohe, Noriyuki Sato)
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、雪質の異なる山形県新庄市と新潟県長岡市で曝露試験を行った結果、設置後7年経過してもワックス添加塗料を塗装した屋根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、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、人工降雪後の実験室温の調整で模した室内実験を行った結果、ワックス添加塗料は対照塗料より先行して滑雪する現象が再現された。

キーワード： ワックス, 滑雪塗料, 滑雪抵抗, 滑雪角, 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⁾⁵⁾。

本ワックス添加塗料については、平成29年度から令和2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⁾⁵⁾。なお、その成果の一部は、雪氷研究大会等で発表した⁶⁾⁷⁾。

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滑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。実大屋根パネルを用いた実験では屋外曝露試験での温度環境を模した滑雪現象について、小型パネルを用いた実験では温度履歴による滑雪現象の違いについて調査した。

2.2.1 模擬屋根パネルへの降雪実験

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滑雪の仕方を動画にて観測することで滑雪挙動を調査した。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。塗料は昨年度⁵⁾同様、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は既報⁵⁾同様、表3に示すとおりした。まず、室温-5℃下で人工降雪装置により降雪

させ、屋根パネル上に約20kg積雪した時点で降雪を停止した。次に、その後、プログラムにより表3のとおり室温を昇降温させ、屋根板に積雪した雪が屋根板から完全に滑り落ちるまでの時間を計測した。ただし、屋根板の設置角度はStage3開始時までは水平とし、Stage3で塗膜-積雪界面が凍着した後に屋根板上の積雪に影響を与えないよう静かに4寸勾配に変更した。

実験に用いた屋根パネルの水接触角を表4に示す。水接触角は既報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℃	降雪
2	+2℃	積雪-塗膜界面の融解
3	-5℃	積雪-塗膜界面の凍結
4	+2℃	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

塗料種類	水接触角 [deg.]
ワックス添加塗料	100.82
一液シリコン塗料	94.48

2.2.2 小型パネルでの模擬実験

ワックス添加塗料及び対照塗料を塗布した小型パネルを水平に設置し、2.2.1で示した実験条件のStage1で降雪した人工雪を、直径12cm、高さ5cmの型を用いて円筒形に成形した雪ブロックを載せた。実験に用いた小型パネルの種類を表5に示す。

各パネルは、2.2.1と同様に室温を制御し、各保持室温に到達後一定の時間が経過したところで、小型パネルを水平(0°)から垂直(90°)までゆっくりと傾け、雪ブロックが滑り始める角度(滑雪角)を観測した(図1)。なお、前述の傾斜法で雪ブロックが滑らない場合は、フォースゲージで雪ブロックの滑雪抵抗を計測した(図2)。

表5 室内実験に用いた小型パネル

記号	塗料種類	ワックス添加量
A	ワックス添加塗料	1倍量
B	ワックス添加塗料	4倍量
C	一液シリコン塗料	なし
D	二液フッ素塗料	なし



図1 滑雪角の測定

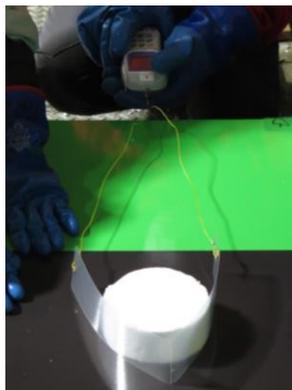


図2 滑雪抵抗の測定

3 実験結果及び考察

3.1 曝露試験の結果及び考察

図3及び図4に示すとおり、雪質の異なる新庄市・長岡市ともに、設置後7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することが確認された。今後、塗膜の劣化状況を比較し、当初に添加したワックス成分がどのような経時変化をしているのか確認したい。



図3 曝露試験(新庄市:2022年1月8日)



図4 曝露試験(長岡市:2021年12月30日)

3.2 室内試験の結果及び考察

3.2.1 実大屋根パネルの結果及び考察

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Stage1における積雪状況を図5及び図6に示す。

その後、室温を昇降温させ、Stage4の升温時に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、ワックス添加塗料では、室温が+2℃到達後1時間33分に一瞬で屋根パネル上の全ての積雪が滑り落ちた(図7)。一方、対照塗料は、室温が+2℃到達後1時間33分経過した頃からじわじわと滑り始める挙動が見られたものの、屋根パネル上から全ての積雪が落雪したのは室温が+2℃到達後6時間49分であった(図8)。図9に室温の推移及び屋根パネルから完全に積雪が落下した時点を示す。

屋外曝露試験で観測された滑雪塗料の雪滑り性の優位性を制御された環境下で確認することができた。



図5 ワックス添加塗料の積雪状況(Stage1)



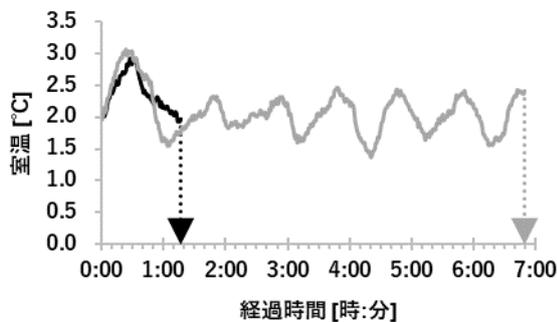
図6 一液シリコン塗料の積雪状況(Stage1)



図7 ワックス添加塗料の滑雪状況(Stage4)



図8 一液シリコン塗料の滑雪状況(Stage4)



—●— ワックス添加塗料 室温 —●— ワックス添加塗料 滑雪
 一液シリコン塗料 室温 一液シリコン塗料 滑雪

図9 Stage4での室温推移と積雪落雪時点
(室温が2°Cに到達した時刻を0時とした)

3.2.2 小型パネルの結果及び考察

雪ブロック-塗膜界面は、Stage1及び3では凍結しており、Stage2及び4では融雪していた。Stage1では雪ブロックの破壊などがあったが、Stage2～4では、対照塗料より滑雪塗料の滑落角や滑雪抵抗が小さい傾向がみられ、滑雪塗料のワックス配合量別では、配合量が多い方が滑落角や滑雪抵抗が小さい傾向を示した。本計測方法では、小規模な実験で多種類の塗料についての滑雪性能を比較評価することができるため、今後、測

定値のばらつきを低減するなどの改良を行い、滑雪塗料の雪の滑りやすさを定量評価可能な測定方法としていきたい。

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7年経過してもワックス添加塗料を塗装した屋根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、曝露試験環境を模擬した室内実験を行い、模擬屋根パネルでは、積雪した雪が溶けた後に再度凍り付いた場合に、その後の温度上昇でワックス添加塗料が対照塗料に先行して滑雪することを再現することができた。小型パネルでは、傾斜法と滑雪抵抗の組み合わせにより、積雪が融解している場合及び凍着している場合の塗膜と積雪界面の滑りやすさを小規模な実験で定量評価できる可能性を見いだした。

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の小杉健二室長、伊藤陽一主幹研究員、田邊章洋特別研究員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.
- 5) 今野奈穂, 四戸大希, 佐藤勲征. 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. 令和2年度宮城県産業技術総合センター研究報告.

2021, No.18, p. 61-64.

- 6) 佐藤勲征, 今野奈穂, 四戸大希, 小杉健二, 伊藤陽一, 2021: 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. 2021年度(公社)日本雪氷学会東北支部研究発表会要旨集, 2021年5月, p.30-31.
- 7) 今野奈穂, 四戸大希, 佐藤勲征, 小杉健二, 伊藤陽一, 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(2). 雪氷研究大会講演要旨集 雪氷研究大会(2021・千葉-オンライン), p.106.

【短報】

【令和2年度～令和4年度 みやぎ発展税活用事業】

次世代素材活用推進事業

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

CNFの持つ特徴を利用し、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目され、国内外で活発に研究されている。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、疎水化反応時間を変えた機械解繊タイプの疎水化CNFのDSを算出し、DSがCNFのPP中での分散性とPPの機械的特性へ与える影響を調べた結果、DSが高いほどCNF凝集体が少なくなり、分散が良化することがわかった。また、TEMPO酸化CNFの水分散液を用いたレオ・オブティクス計測を行った結果、せん断速度が大きくなるにつれて複屈折値が大きくなる傾向を示し、繊維長が短く、濃度が低ければ、低いせん断速度においても複屈折性を示すことがわかった。

キーワード: CNF, 疎水化, 置換度, レオ・オブティクス, 複屈折

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ならびにCNF複合材料の特性評価技術開発、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疎水化した機械解繊タイプCNFのポリプロピレン(PP)中での分散性やPPの機械的特性への影響を調べた結果、疎水化反応時間がCNFの分散性や引張特性に影響を与えることを明らかにした。また、繊維長の異なる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水分散液を用いたレオメーターによる応力増加試験により、繊維長の長さにより降伏前後の挙動が異なることを明らかにした²⁾。

今年度は、疎水化反応時間を変えた疎水化CNF(機械解繊タイプ)の疎水化剤の置換度(DS)を算出し、DSとCNFのPP中での分散性と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、TEMPO酸化CNFの水分散液を用いたレオ・オブティクス計測を行ったので報告する(長岡技術科学大学との共同研

究)。

2 疎水化CNFのDSがPP中の分散性及び機械的特性へ与える影響

2.1 実験方法

2.1.1 材料

CNFはダイセルミライズ(株)のセリッシュKY100G(水分散液)を原料とし、疎水化反応時間を変えた3種類の疎水化CNFを作製した。

PPは、(株)プライムポリマーのプライムポリプロJ-700GPを用いた。

2.1.2 DSの算出

未処理のCNFと疎水化反応時間の長い疎水化CNFを用い、¹³C 固体NMRにてCNFのグルコース環のシグナルの積分比を基準とし、この基準に対して、疎水化剤由来のカルボキシル基のシグナルの積分比を求めことでDSを算出した。次に、同じサンプルをFT-IRにてCNFのグルコース環のピークの吸光度と疎水化剤由来のカルボキシル基のピークの吸光度の比を算出し、¹³C 固体NMRで算出したDS(縦軸)とFT-IRのピーク強度比(横軸)で2点検量線を作成した。

残りの2種類の疎水化CNFについては、FT-IRでピーク強度比を算出し、上記の検量線によりDSを求めた。

2.1.3 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及び反応時間が異なる3種類の疎水化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100rpm、混練時間10分とした。混練した複合材料は、熱プレスで2mm厚さのシートとし分散性評価に、このシートを打ち抜き引張試験に供した。

2.1.4 CNFの分散性評価

透過光学顕微鏡(BH-2, Olympus(株)製)を用いて試料観察を行った。観察倍率は40倍とし、確認できたCNF凝集体の面積を測定した。

2.1.5 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

2.1.2の方法で疎水化反応時間を変えた3種類の疎水化CNFのDSを算出した結果を表1に示す。

表1 疎水化CNFのDS

サンプル	DS
未変性CNF	0
変性CNF(a)	0.17
変性CNF(b)	0.26
変性CNF(c)	0.58

※疎水化反応時間:(a)<(b)<(c)

CNF添加PP複合材料の55mm角、厚さ2mmのシートを用い、分散状況を確認した結果を図1に示した。図1には、各サンプルのシートの全景と光学顕微鏡を用い40倍で観察した結果を示す。図1の丸で示したものがCNFの凝集体であり、未変性CNFは目視でも確認できる凝集体が数多く確認できる。DSが高いほど、観察されるCNF凝集体が少なくなり、DS0.58のサンプルでは凝集体が観察されず、良好に分散していると考えられる。

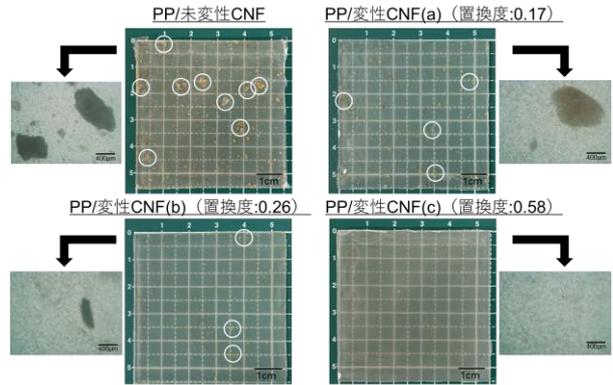


図1 疎水変性CNF複合材料切片の観察結果

次に、疎水化反応時間を変えた疎水化CNF添加PP複合材料の引張試験により得られた応力-ひずみ曲線を図2に、そこから算出された引張特性とDSの関係を図3及び4に示す。

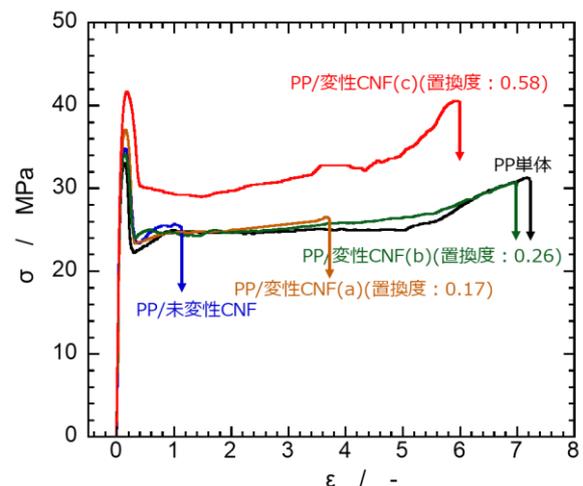


図2 CNF添加PP複合材料の応力-ひずみ曲線

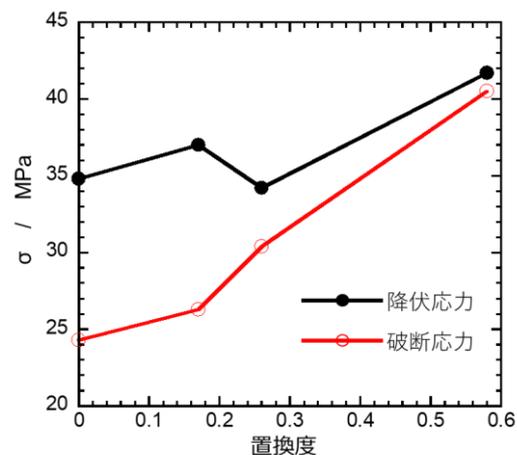


図3 引張特性とDSの関係(1)

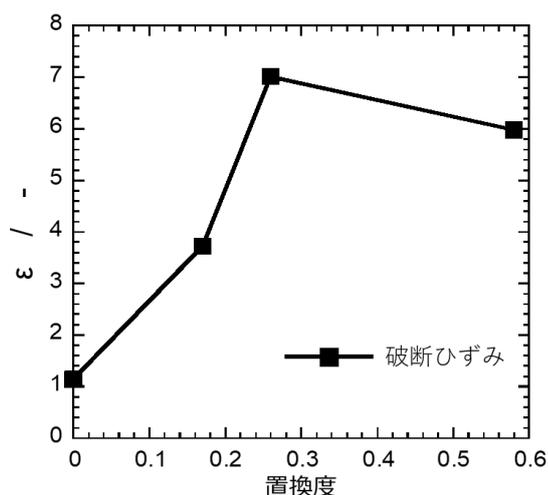


図4 引張特性とDSの関係(2)

図2及び3より、DSが高くなることで、引張降伏応力及び破断応力が高くなる傾向を示した。破断ひずみでは、DSが0.26を超えると明確な向上が見られた。

3 TEMPO酸化CNFの水分散液を用いたレオ・オプティクス計測

3.1 実験方法

3.1.1 評価材料

繊維長の異なる TEMPO 酸化 CNF 2 種類(繊維長が短い順に SS, Sとした)を用い、それぞれ水で希釈し、SSでは5.0(原液)、4.0、2.0wt%、Sでは0.5、1.0、2.0wt%とした。

3.1.2 評価用試料の調製

遠沈管に、原液(又は希釈品)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、ヒスコトロン(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、評価用試料とした。

3.1.3 レオ・オプティクス計測

レオ・オプティクスはレオロジー計測と同期して光学的な計測、観察を実施する技術であり、流動により発生する分子配向からミリサイズのテクスチャ形成までのマルチスケールな現象を取り扱うことができる³⁾。CNF 分散流体は複屈折性を示すことが既に報告されている。今

回は、繊維長や濃度、せん断速度で CNF そのものが流動中でどのように配向するかを調べるため、レオロジー計測と同期して複屈折測定を行った。レオロジー計測は、Anton Paar 社 MCR302 を用いてステップせん断速度測定を実施した。条件は、 0.1sec^{-1} (60sec) → 停止 (60sec) → 1sec^{-1} (60sec) → 停止 (60sec) → 10sec^{-1} (60sec) → 停止 (60sec) → 100sec^{-1} (60sec) → 停止 (60sec)とした。プレートは石英製の平行プレートを用い、プレート間のギャップを 1mm、計測温度は室温とした。レオロジー計測と同期した複屈折測定は、光源として波長 632.8nm のレーザーを使用し、SS の 4.0wt% 水溶液を 100sec^{-1} でせん断を与え、粘度が一定値を示したところで、配向角をオフセットし、流動方向を 0° とした。

3.2 実験結果及び考察

レオ・オプティクス計測を図 5～10 に示した。

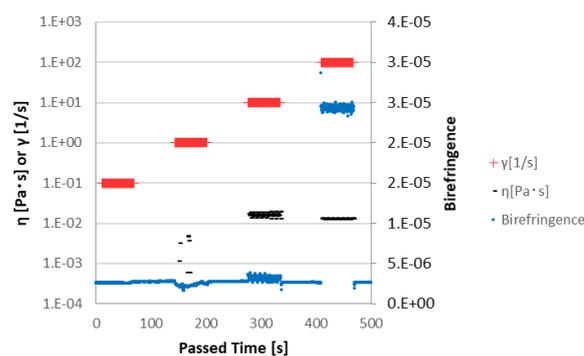


図5 SS 2.0wt%計測結果

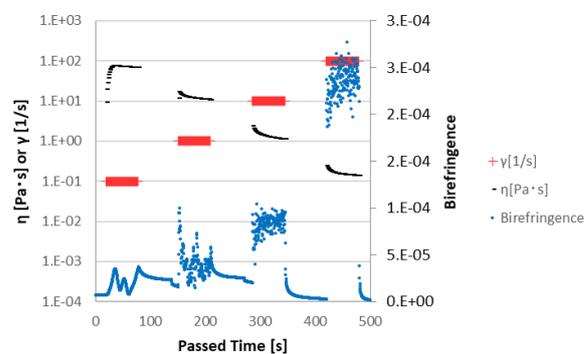


図6 SS 4.0wt%計測結果

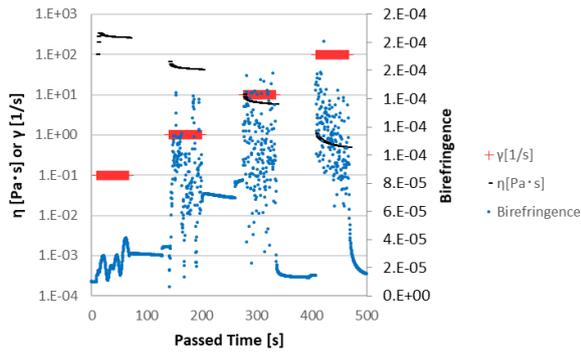


図 7 SS 5.0wt%計測結果

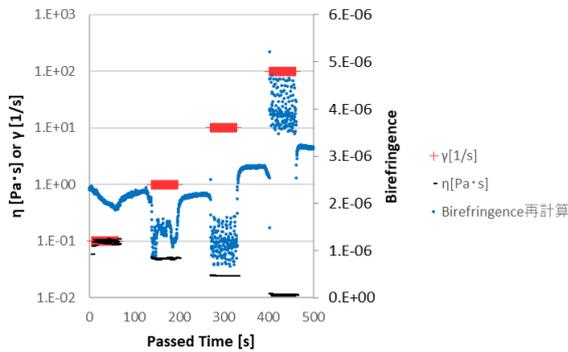


図 8 S 0.5wt%計測結果

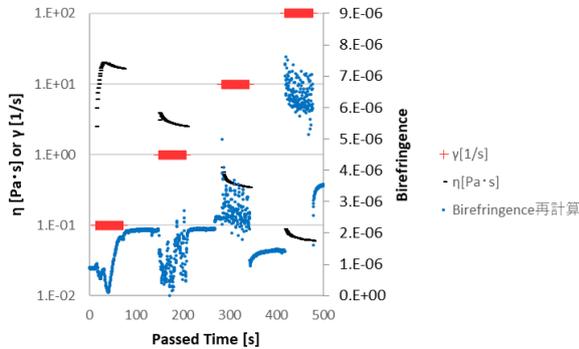


図 9 S 1.0wt%計測結果

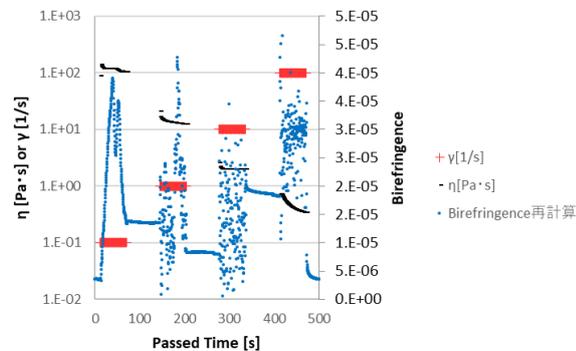


図 10 S 2.0wt%計測結果

図5～10の横軸には計測時間を、第1縦軸に粘度とせん断速度を、第2縦軸に複屈折の大きさを示す。図5～10より、ほとんどの条件において、せん断開始とともに複屈折値が上昇し、時間の経過とともに一定値に収束する。収束後の複屈折値は、せん断速度が大きくなるにつれて大きくなる傾向を示した。また、繊維長が短く、濃度が低ければ、低いせん断速度においても複屈折性を示すことがわかった。これは、繊維の長さや濃度により、CNFそのものの流動による配向のしやすさが異なっていると考えている。

4 結言

疎水化反応時間を変えた機械解繊タイプの疎水化CNFのDSを算出し、DSとCNFのPP中での分散性とPPの機械的特性へ与える影響を調べた結果、DSが高いほど、CNF凝集体が少なくなり、分散が良化することがわかった。また、TEMPO酸化CNFの水分散液を用いたレオ・オプティクス計測を行った結果、せん断速度が大きくなるにつれて複屈折値が大きくなる傾向を示し、繊維長が短く、濃度が低ければ、低いせん断速度においても複屈折性を示すことがわかった。

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、長岡技術科学大学工学研究科 高橋勉教授との共同研究の成果である。杉本昌隆教授、高橋勉教授、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.2012,85(12),p.376-381.
- 2) 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.次世代素材活用推進事業.令和2年度宮城県産業技術総合センター研究報告.2021,No.18
- 3) 高橋勉:レオ・オプティクスー基礎原理,機器,最近の動向ー.オレオサイエンス.2018,18(11),p.545-552.

【短報】

【令和3年度～令和6年度 みやぎ環境税活用事業】

みやぎアップグレードリサイクル推進事業

佐久間 華織, 推野 敦子, 佐藤 勲征
材料開発・分析技術部

宮城県の豊かな環境の適切な保全と経済の両立を図り、次の世代に引き継いでいくため、温室効果ガスの排出削減をはじめとした環境課題の解決に向けた取組みが求められている。持続可能な資源循環社会に向け、有識者や企業、地方自治体などと連携し、宮城県が企業と共同開発したバイオプラスチックのアップグレードリサイクル体制構築を目指す「みやぎアップグレードリサイクルコンソーシアム」を設立した。リサイクル体制構築に向けた課題抽出のため東松島市で開催されたイベントではバイオプラスチック容器の使用・回収を行う社会実験を行い、その後、洗浄・粉砕・再成形によるリサイクルにより、本事業PRにつながる成形品を作製した。

キーワード：バイオプラスチック、リサイクル、アップグレード、回収

1 緒言

近年の地球温暖化の進行は気候変動のリスクを高め、災害の頻発や大規模化など、人々の生存基盤及び社会経済の存在基盤を揺るがす脅威となっている。地球温暖化の原因となる温室効果ガスの宮城県内における排出量は、東日本大震災発生前は減少傾向にあったが、震災発生以降は復興需要の影響などから排出量が増え、この数年は減少傾向にあるものの、2,011万2千t-CO₂(2017年度、森林吸収量含む)と未だ震災前の排出量を上回っている¹⁾。宮城県(仙台)の年平均気温は1927年の観測開始以降、10年あたり0.25℃の割合で上昇しており²⁾、地球温暖化対策は喫緊の課題である。

様々な産業分野で広く使われている多くのプラスチックの原料である石油などの化石資源は燃焼することで大気中に温室効果ガスである二酸化炭素を排出するが、植物由来のバイオマス素材は植物が成長する上で二酸化炭素を吸収することから、燃焼させても大気中の二酸化炭素の増減に影響を与えないとされている。当センターでは、これまでに株式会社コバヤシと山形大学との共同研究により、植物由来のでん粉を使用したバイオプラスチック、Reseam ST®を開発した。この新素材はバイオマス度が51%以上であるにも関わらず、優れた加工性を持ち、すでに包装資材やフルーツパックなどとして上市されている。

本素材はそれ自体がカーボンニュートラルな素材ではあるが、持続可能な開発目標(SDGs: Sustainable

Development Goals) 12[持続可能な消費と生産]において、「2030年までに、廃棄物の発生防止、削減、再生利用及び再利用により、廃棄物の発生を大幅に削減する。」ことが掲げられており³⁾、バイオプラスチックであってもマテリアルリサイクルできる体制づくりが必要である。

温室効果ガスの排出量を削減し、化石資源に頼らない持続可能な産業と生活の実現を目指すため、みやぎで生まれたこのバイオプラスチックをみやぎでつくり、つかい、回収し、再利用する「みやぎアップグレードリサイクルモデル」を構築することを目的として、事業を実施した。

2 事業実施体制

バイオプラスチックを使用・回収・再利用する上での課題抽出を行い、その課題の対策を検討するため、2021年9月にみやぎアップグレードリサイクルコンソーシアムを設立した。本コンソーシアムには素材・容器を作る立場、使う立場、回収する立場のそれぞれの企業に加え、有識者や自治体も参画し、下記の活動を行うこととしている。

- ・ バイオプラスチックの利用と回収、再商品化の実証試験
- ・ 使用済みバイオプラスチックのリサイクルに伴う課題の意見交換及び情報共有研究調査
- ・ 持続可能な資源循環システムの普及と社会実装のための取組みの企画、開催への参画・協力、政策提言

- ・ その他, 上記活動に附帯又は関連する活動

3 社会実験

みやぎアップグレードリサイクルコンソーシアムの会員でもある東松島市で2021年11月21日に同時開催された下記イベントにて, コンソーシアムの取組みを紹介するとともに, バイオプラスチックを使用, 回収する社会実験を行った。

3.1 対象イベント

- ・ 第1回復興感謝 東松島市産業祭(主催:東松島市産業祭実行委員会)
- ・ ひがしまつしま食ベメッセ(主催:東松島市, 東松島教育委員会)
- ・ 観光と物産のPR会(主催:東松島市観光物産協会主催)
- ・ SDGs産学官連携環境イベント(主催:東松島市)

3.2 実施内容

- ・ バイオプラスチック容器の利用
 Reseam ST®を用いたどんぶり, 皿, フォーク, スプーン, 袋を作製し, 観光と物産のPR会に出展した飲食店事業者に配付し, 来場者への飲食物提供の際に使用した。(図1)
- ・ バイオプラスチック容器の回収
 会場内に回収箱を設置し, イベントにて使用された容器・カトラリーを回収した。(図2)
- ・ コンソーシアムの取組み・バイオプラスチック容器の紹介
 パネル展示のほか, 原料となるデントコーンや製品を展示した。Reseam ST®は通常のプラスチック容器とは異なり, 手で切っても鋭利な断面にならず, また, 手で簡単に丸めることで減容化できる性質がある。本素材で製造されたフルーツパックを手で丸める体験を行うことで素材の理解促進を行った。
- ・ 学術機関での取組み紹介
 回収の際に課題となる樹脂の識別に必要な技術として, 東北大学と芝浦工業大学にて開発したプラスチック識別装置を実演したほか, 東北大学で実施しているSDGs教育などについて紹介した。
- ・ ECOチャレンジみやぎ
 広く県民に周知するため, ポイントをためて, 楽し

く温暖化防止活動に参加できる「ECOチャレンジみやぎ」のアクションメニューのひとつとした。



図1 使用された皿・どんぶり・フォーク・スプーン



図2 回収ステーションの様子

3.3 実験結果

主催者によると, 本イベントには約8,000人が来場し, 別会場となったSDGs産学官連携環境イベントには253人が来場した。

バイオプラスチック容器の使用量と回収率を表1に示す。回収された容器の多くは主催者による蒸し牡蠣の振る舞いに使用されたものであり, イベント出展事業者が使用し, 回収されたものは, どんぶりが4.7%, 皿が2.5%と低い値となった。これはコンソーシアムで設置した回収箱が飲食物提供場所から離れており, 多くがゴミとして分別されずに廃棄されてしまったと想定され, 回収率の向上のためには普及啓発とともに, 動線も考慮した回収ステーションの設置場所の選定が重要であることが示唆された。

表1 バイオプラスチック回収率

	配付数/個	回収量/個	回収率/%
袋※	0	0	0
皿	3,000	1,250	42
どんぶり	2,265	694	31
スプーン	800	8	1
フォーク	1,400	7	1
回収袋	0	55	100

※コロナ禍での開催のため, 飲食物の提供が持ち帰りのみでの開催となることを想定し袋を準備したが, 屋外会場での飲食が可能となったため, 使用実績はなし

一方、回収箱には、楊枝やその包装、牡蠣殻、バイオプラスチック製ではないスプーン等が混入していたが、その量は少なく、分別回収に協力いただいた方の意識の高さがうかがえる結果となった。

なお、回収には同じ素材を使用した回収袋を用いることで特に来場した子どもたちにとって、回収に協力するきっかけにもなったものと推察される。(図3)



図3 回収後の様子(左 袋外観, 右 回収物)

4 リサイクル

社会実験にて回収したバイオプラスチックは、当センターで分別、洗浄、乾燥を行い、粉碎したのち、ホットプレスや射出成形により、子どもたちのSDGs教育に活かすノベルティへと再生した。

4.1 再生品試作

回収したどんぶり、皿及び回収袋は手作業にて洗浄したのち、自然乾燥した。どんぶり及び皿は粉碎機(吉田製作所製, 1003)を用いて、5mm角程度に粉碎した。回収袋は、手作業にて20mm角程度に細断したのち、加圧式ニーダー(モリヤマ, TDRV3-10GB-E型)を用いて140℃で混練後、粉碎機にて5mm角程度に粉碎した。いずれも乾燥機を用いて80℃にて事前乾燥を行った後、射出成形機(日本製鋼所製, JSW J50E-CS)により、白及び赤のキーホルダーを作製した(図4)。作製したキーホルダーは今後、SDGs教育の際のノベルティとして配付予定である。



図4 回収品から作製したキーホルダー

(左:皿・どんぶり, 右:回収袋)

再生にあたり、回収袋に使用されたインクが加工機に

こびり付く事象がみられたため、リサイクルを容易にするためには設計時からリサイクルを見据えたインクの選定を行うことも選択肢のひとつである。

また、イベント展示にて手で丸めることで減容化する実演を行った使用済みフルーツパックについても再生試作を行った。集めたフルーツパックは飲食物には触れていなかったことから、洗浄を行わずそのまま粉碎機により粉碎し、ホットプレス(東洋精機製, Mini test Press-10)にて1mm厚さの板を作製した。作製した板から、レーザーカッターシステム(トロック・レーザー・ジャパン製, Speedy100 50W)により、切断及び彫刻を行い、コースターやしおりを製作した(図5)。

Reseam ST®にはでん粉が含まれることから、レーザー加工を適性に設定すると自然な褐色により着色することが可能である。また、フルーツパックは様々な色が展開されていることから、その色の組み合わせや配分により、リサイクル品ならではの1点ものの色合いを出すことができた。

これらの再生品については、将来的には別の製品への展開の検討を進め、元のものよりも価値ある商品にアップグレードすることを目指していく。



図5 フルーツパックから作製した試作品
(左 しおり, 右 コースター)

5 結言

みやぎアップグレードリサイクルモデルの構築に向けた課題抽出のため、連携体制としてみやぎアップグレードコンソーシアムを設立した。その活動の一環として、バイオプラスチックを使用・回収する社会実験を行い、回収したバイオプラスチックは分別・洗浄・乾燥・粉碎後、SDGs教育のノベルティグッズとして、キーホルダーなどを作製した。

謝辞

本事業はみやぎ環境税を活用して実施しました。また、東北大学大学院国際文化研究科劉庭秀教授をはじめ

とする、みやぎアップグレードリサイクルコンソーシアム
会員の皆さまには多くのご助言、ご協力をいただきました。
ここに感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 宮城県環境生活部, 2017年度の宮城県の温室効果ガス排出量, 2021-6-15 更新, <https://www.pref.miyagi.jp/soshiki/kankyo-s/miyagi-ghg-emission2017.html>
- 2) 気候変動プラットフォーム, 2022-04-27 閲覧, https://adaptation-platform.nies.go.jp/map/Miyagi/index_past.html
- 3) 2015-9-25 第70回国連総会にて採択, 我々の世界を変革する:持続可能な開発のための2030アジェンダ

【ノート】

【令和3年度 先端技術等調査研究事業】

ビジネスモデルキャンパスなどを活用した企業分析の可能性調査

樋口 敦, 伊藤 伸広, 岩沢 正樹^{*1}

企画・事業推進部

(*1現 機械電子情報技術部)

企業においては、成長戦略の策定や新規事業の立ち上げなどで、様々な活動によるプロセスを経ながらビジネスモデルを確立している。当センターの企業支援でも、商品化支援や実用化支援は、実現のために様々な視点やノウハウが必要であり、模索しながら進めている状況である。

そこで、企業のビジネスモデルを分析する手法を調査し、より効果的な支援メニューの提案に向けた分析手法の活用の実験を実施した。特に、ビジネスモデルキャンパスの有効性を検討した。

キーワード: ビジネスモデル, 企業分析, ビジネスモデルキャンパス

1 緒言

多くの企業では、成長戦略の策定や新規事業の立ち上げなどで、様々な活動を積み重ねたプロセスを経ながらビジネスモデルを構築している。

当センターの業務は、研究開発支援、設計支援、商品化支援、トラブル解決、品質向上、生産性向上、コストダウン等、非常に多岐にわたっている。このうち、商品化支援や当センターのシーズを活用した実用化支援は、第4期事業推進構想においても重要な活動と位置づけられている。その結果は、当センターのお役立ち度を測る重要な指標として設定すると共に、公開可能な事例についてはホームページ等で公開¹⁾している。

しかしながら、商品化や実用化への支援は、実現のために、技術以外にも様々な視点やノウハウが必要なため、模索しながら進めている状況である。

そこで、本調査事業は、ビジネスモデルという軸で企業活動をより深く理解し、より効果的な支援に向けた手法の調査と活用方法の探索を実施した。

2 ビジネスモデル構築のためのフレームワーク²⁾

ビジネスモデルを確立するときには、自社や他社、業界、事例等の分析を行い、事業モデルを試作し、検証するサイクルを廻すことが重要である。そのサイクルでは、次のようなフレームワークが活用されている。

例えば、活用されているフレームワークには、「SWOT分析」、「ビジネスモデルキャンパス」、「バリュープロポジションマップ」、「ピクト図解」などがある。ビジネスモデル

構築時のアプローチの違いにより、これら組み合わせて活用される。

いくつかのフレームワークの概要を以下に纏める。

2.1 SWOT分析

SWOT分析は、自社の経営資源の強み(Strength)と弱み(Weakness)、市場環境における機会(Opportunity)と脅威(Threat)を洗い出し、分析する手法である。例えば、自社の強みを生かして脅威を回避するためには、あるいは弱みがあっても機会を逃さないためにできることは、ということをつえ、事業を計画するのに用いられる。

2.2 ビジネスモデルキャンパス

ビジネスの仕組みを9つの要素で視覚化し、全体を俯瞰する方法である。自社資源(主要活動、リソース、パートナー)と、顧客(顧客との関係、販売チャネル、顧客セグメント)を分析し、コスト構造、収益の流れとともに提供価値を見出すものである。

ビジネスモデルの分析において、様々な場面で活用されているフレームワークである。

2.3 バリュープロポジションマップ

ビジネスモデルキャンパスのうち、顧客セグメントと提供価値に着目した分析手法である。顧客のニーズと提供価値が合致しているかを整理し、提供価値の選定や顧客への訴求ポイントを見出す際に効果的な手法であ

る。

3 事例

3.1 当センターのビジネスモデルキャンパス

ビジネスモデルキャンパスの有効性を検証するために、当センターを事例に分析を実施した。当センターの業務の分析結果を図1に示す。利用者と当センターの関係性を俯瞰でき、当センターの技術分野ごとの事業計画策定などにおいても活用できた。また、コロナ禍などの当センターや利用者を取り巻く状況に応じた、来所に代わる依頼試験としての利用や、利用者へのホームページによる情報発信など、業務のポイントが可視化された。今後、利用者へのヒアリングにより、更なる利用者の要望や当センターが提供できる新たな価値を見出すことが期待できる。

パートナー	主要活動	提供価値	顧客との関係	顧客セグメント
県庁関係課室	研究開発	素材の評価設備が充実	機器の定期的な利用	新たな素材の開発をしたい企業
大学	機器利用	試験に必要な治具が揃っている	依頼試験	製品の品質を向上させたい企業
支援機関	試験分析	定期的には使用しない機器が利用できる	機器利用・研修のフォロー	新規分野に打って出たい企業
機器メンテナンス業者	技術者研修	技術者のサポートがある	チャンネル	自社の生産性を向上したい商品化につなげたい
庁舎管理業者	リソース	技術者のノウハウが豊富	ホームページ	
	評価分析機器		企業訪問	
	評価分析事例		イベント出展	
	成績書発行			
コスト構造		収益の流れ		
人件費	庁舎管理	研究開発	運営費	機器利用料
機器購入	機器校正	光熱水費	受託研究	試験手数料
				生産物売払

図1 当センターのビジネスモデルキャンパスによる分析例

また、バリュープロポジションマップを作成することにより、利用者のニーズを掘り下げ、提供価値の向上が期待できる。例えば、利用者が製品の品質を向上させたいと希望している場合、全く別の素材の適用を検討しているのか、あるいは新たな形状を検討しているのかで、当センターが提供すべき最適メニューを選択できるようになる。

3.2 利用企業の事例

本調査事業期間において、新しい支援メニューの提案を目指したビジネスモデルの分析を目的に、県内製造業へのヒアリングを実施した。その結果、ビジネスモデ

ルキャンパスにより複雑な企業活動を個別要素に分解し可視化することの有効性を確認できた。一方で、特に「提供価値」の把握においては、ヒアリング手法などで難しさを感じる結果となった。

今後、繰り返し、より詳細なヒアリングを行い、企業支援に向けた提案等を行っていく予定である。

4 結言

本事業において、ビジネスモデルを策定する際に活用されるフレームワーク手法の調査・習得を行った。また、当センターや県内企業に本手法を適用し、企業支援活動に活用できる可能性が見出された。今後は、本調査結果を企業支援等に展開できるよう、事例研究等を行い、当センターが掲げる「地域企業の皆様に対しての『先回り支援』『寄り添う支援』『繰り返し支援』」の提供をめざす。

謝辞

本事業を進めるにあたり調査にご協力を頂きました皆様に厚く御礼申し上げます。

参考文献

- 1) 宮城県産業技術総合センター，実用化製品事例集，20221-5-9更新，
<https://www.mit.pref.miyagi.jp/publication/> 刊行物/実用化製品事例集/
- 2) 井上 達彦:「ゼロからつくるビジネスモデル」，東洋経済新報社，2019年

【ノート】

【令和 3 年度 先端技術等調査研究事業】

最適化設計の活用可能性調査

内海 宏和*¹, 家口 心, 斎藤 佳史, 吉川 穰

自動車産業支援部

(*¹ 現 材料開発・分析技術部)

近年の 3D プリンターの普及に伴い、トポロジー最適化等を活用した設計の重要性が増している。しかしながら、地域企業にとって 3D プリンターは革新的な製品の開発というよりも、モックアップ作成のツールとして使用されているのが実情である。そこで、3D プリンターに関わらず、最適化設計が地域企業支援に貢献できる活用方法について調査した。その結果、最適化手法の特徴に応じた使い分けで、与えられた条件のもと現状よりもよい解を効率よく得ることができる可能性があることがわかった。

キーワード: 最適化, トポロジー最適化, シミュレーション, 3D プリンター

1 緒言

最適化とは、与えられた条件の範囲でもっとも好ましい解決策を見出すことである。目的地までのルートや輸送計画など最適化を必要とする問題は、業態に依らず存在する。最適化問題では、好ましくしたい「コト」と、変えられる「モノ」を関数化し、それらを制約する方程式・不等式系を組み上げた上で数学的に解を得る。工業製品の製造に関わる地域企業にとっては、最適な構造物の形状を追求することが密接な問題と考えられるが、設計の現場では熟練した設計者の技能によって、試行錯誤により形状の改善が行われているのが現状である。生産性を向上させるためには、より合理的かつ効率良く改善形状を提案することが重要である。

以上のような背景から、本調査では地域企業の設計開発に対する最適化手法の活用可能性の模索を目的とし、当センター保有の最適化ソフトの適用性を検討した。最適化の対象には、これまでに地域企業から寄せられた技術相談のうち件数が多かった、構造および伝熱に関連した問題を抽象化して設定し、形状による性能変化について確認した。また、地域企業の最終的な生産性向上を見据え、本調査における最適化は数値シミュレーションを併用して行うこととした。

2 最適化設計の活用結果

シミュレーションソフトは Ansys Mechanical Enterprise Ver.18.2 を使用した。この製品には、Ansys DesignXplorer という最適化モジュールが組み込まれており、Ansys Workbench 環境のパラメータを用いて、簡便な操作で最適

化解析や実験計画法に基づくパラメトリック解析等を実施できる¹⁾。さらに、構造解析についてはトポロジー最適化機能が搭載されているため、その適用を試み得られる効能を考察した。

2.1 静的構造解析

抽象化した構造部品の剛性を保つ軽量化問題に対し、トポロジー最適化とパラメトリック解析を実施した。図 1 に検討対象モデルを、図 2 にトポロジー最適化結果を示す。トポロジー最適化においては、このような形状自由度の高い結果が得られるが、その形状の結果検証のための再解析は容易でなく、再モデリングのためには得られた形状をなぞるように CAD 化し直す必要があった。また得られた形状の実際の成形を考えると、既存の製造方法では複雑な工程を踏まざるを得ない一方で、金属 3D プリンターによる製造ではコストが見合わない。したがって、トポロジー最適化は構造上の勘所を把握するための利用にとどめるのが現実的であると考えられる。

次に同じ問題を対象として、パラメトリック解析を実施した。この解析では、材料の肉抜き対象について形状や大きさをパラメータとしてあらかじめ関数化する必要があり、ここに設計者のセンスが求められる。ここで、それらパラメータの決定に上記で得られたトポロジー最適化結果を利用することを考え、図 3 に示すようなパラメータを設定した。図 4 に、パラメトリック解析によって得られた最適化形状とその形状における剛性の検証結果を示す。本解析では肉抜き対象として設定したパラメータの組み合わせと重量との関係が関数化され、実験計画法に基づいてパラメータの可動範囲を

全て走査することなく効率的に最適化形状を導くことができる。必要な剛性については、最大応力に制約をかけることで担保できるため、現実的かつ合理的な形状をほぼ自動で得られることができ、高効率な設計に利用できることを確認した。

2.2 伝熱解析

当センターでは伝熱問題に対応可能なトポロジー最適化ソルバーを保有していないため、パラメトリック解析のみを実施した。

本調査では、フィンの形状が性能を決めるヒートシンクを対象とし、発熱体との接触面の温度を最小化するようにフィンの高さや幅を求める問題に取り組んだ。なお、調査的な事例のため、性能向上が見込める形状を初期形状として検討を行った。図5に、最適化前後の形状を示す。本事例では、発熱体との接触面が13°C低下した。

3 結言

最適な構造物の形状を効率良く得るため、市販の最適化ソフトを活用し、その適用性を検討した。トポロジー最適化では自由度の高い形状が得られるものの、検証や実際の製造を考慮すると、コストが見合わない。したがって、その利用は構造上の勘所の把握を目的に置き、パラメトリック解析時のパラメータ設定に活用することで、効果的な利用可能性を見出すことができた。このように、最適化手法を組み合わせることで、合理的かつ効率的に改善形状の提案が可能となることがわかった。

参考文献

- 1) [\[最適化モジュール\]Ansys DesignXplorer:有限要素法マルチフィジックス解析ツール](#) [Ansys:サイバネット](#) (cybernet.co.jp)

→ 荷重 ■ 固定

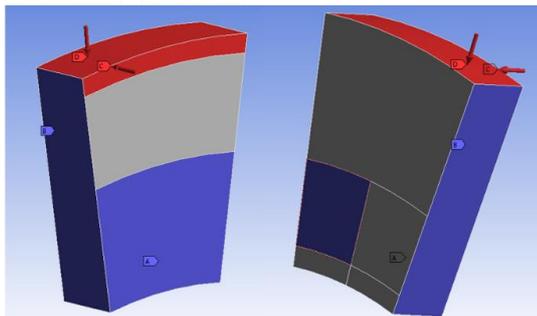


図1 構造部品を抽象化した最適化検討モデル

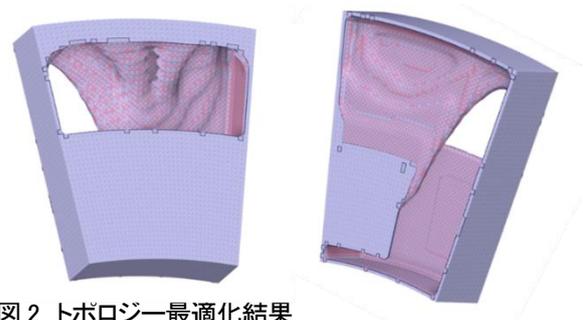


図2 トポロジー最適化結果

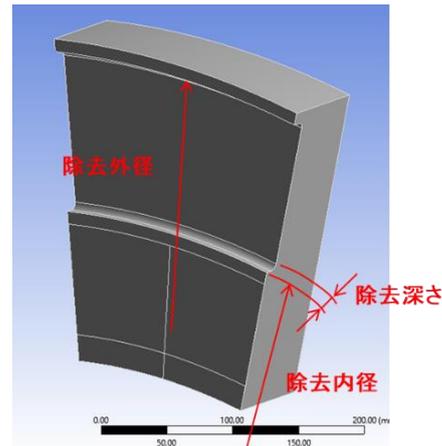


図3 パラメトリック解析用のモデルと設定したパラメータ

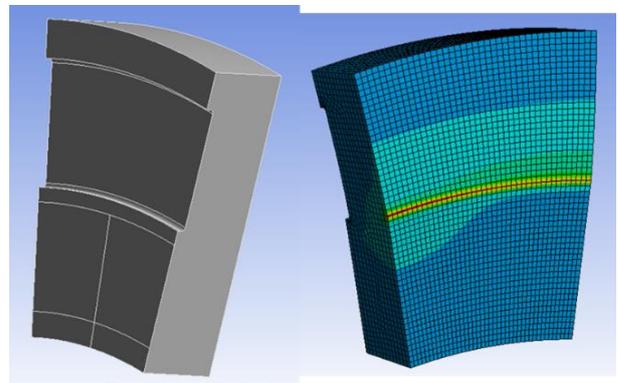


図4 応力制約下におけるパラメトリック解析結果

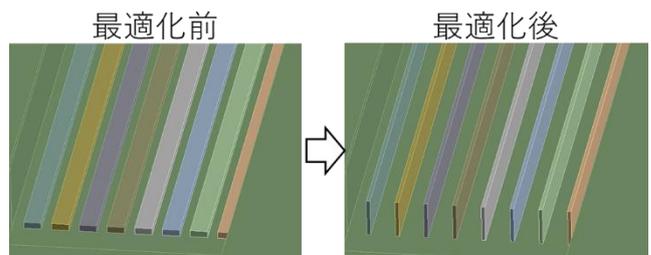


図5 ヒートシンクフィン形状のパラメトリック解析結果

【ノート】

【令和3年度 先端技術等調査研究事業】

EMC総合試験棟垂直立ち上げに関わる調査

坂下 雅幸, 佐藤 裕高
機械電子情報技術部

令和3年度に整備したEMC総合試験棟ではこれまで試験不可能だった5種類のEMC試験が可能となった。この5種類を含む新たなEMC試験は、企業からのニーズが高い試験のため、開所後はこれら試験の問い合わせが急増すると考えられたことから、この調査研究では、当該試験を含めたEMC総合試験棟でのEMC試験がスムーズ、且つ、垂直立ち上げができるよう、新規格・技術調査および先導試験機関への訪問により試験技術のノウハウ蓄積を行った。

このことにより、新たなEMC試験サービスの提供を設備等導入後スムーズに、地域企業へ展開することが開所前に可能となった。

キーワード: EMC, 車載EMC, 10m法電波暗室, アンテナ照射, TEMセル, ストリップライン, 近接照射

1 緒言

EMC総合試験棟整備により、地域企業からの要望が非常に高かった新たなEMC試験サービスが可能となることから、新たに可能となるEMC試験は、開所直後から直ぐに企業支援での利用開始を求められることが予想されていた。

しかし、新たに可能となるEMC試験メニューは6種類以上あり、これまで経験したことのない試験のため、試験方法や試験条件の詳細情報が規定されている各種規格書が未所有であり、ノウハウが未蓄積である一方、機器導入は年度末となるため、導入後からの準備では開所後の立ち上げが遅延する恐れが推測されたことから、この調査研究では、企業支援にスムーズに移行できるよう、予め新規格・技術調査および先導試験機関への訪問により試験技術のノウハウ蓄積を行った。

2 EMC試験について

2.1 EMCとは

EMCはElectroMagnetic Compatibilityの略で、日本語では「電磁両立性」と呼ばれており、JIS規格では装置又はシステムの存在する環境において、

- ① 許容できないような電磁妨害をいかなるものに対しても与えず、
かつ、

- ② その電磁環境において満足に機能するための装置又はシステムと定義¹⁾されている。

①を満足しているかの評価を「エミッション(EMI: ElectroMagnetic Interference)測定」といい、電子機器が周囲の電子機器などに影響を与える可能性のある電磁妨害波を放出しているか評価する必要がある。

また②を満足しているかを評価する「イミュニティ(EMS: ElectroMagnetic Susceptibility)試験」があり、電子機器が周囲の電磁環境の影響を受けても誤作動しないかを評価する必要がある。電子機器はこれらの試験をクリアし、①と②が両立していることを証明する必要があり、それら試験を総称してEMC試験という。

2.2 電波暗室について

電波暗室とは、外部からの電磁波の影響を遮断し、外部にも電磁波を漏らさない金属板の部屋に、電磁波が内部で反射しないように電波吸収帯を隙間なく張り付けた試験設備であり、EMC試験などの電磁波やアンテナの電波を扱う試験や実験を行う際、外界の様々な電波と切り離すために重要な設備となっている。

EMC試験で用いる電波暗室の国際標準は測定距離10mを確保できる10m法電波暗室(図1)であるが、当センターの既存設備としてこれまで運用していた電波暗室は小型機器のEMC試験に限定した3m法電波暗室であった。この度EMC総合試験棟整備により10m法電波暗室

を整備したことで、当センターにおいても国際標準の測定環境でのEMC試験が可能となった。



図1 EMC総合試験棟に導入した10m法電波暗室

3 調査結果

3.1 エミッション測定について

EMC総合試験棟整備で導入した10m法電波暗室により、国際標準の10m法による放射エミッション測定²⁾³⁾が実施可能となった(図2)。現在東北地域で10m法電波暗室を所有している試験機関は3機関であり、各機関における当該測定の注意点などについて調査し、新たな知見や10m法特有の測定ノウハウを得ることができた。一方、現地調査等を進めたなか、今後の展開として、10m法電波暗室を所有する複数の機関とラウンドロビンテスト実施を提案し、各機関との相関性を評価することとなった。



図2 10m法による放射エミッション測定

3.2 イミュニティ試験について

今回の整備で導入したイミュニティ試験は4種類である。そのほとんどが車載電装品に対するイミュニティ試験であり、実施可能となった試験を表1に示す。

表1 実施可能となった車載機器のイミュニティ試験

試験名	周波数範囲	最大レベル
アンテナ照射 ⁴⁾ (図3)	200M~3.2GHz	200V/m
TEMセル ⁵⁾ (図4)	10k~400MHz	200V/m
ストリップライン ⁶⁾ (図5)	10k~400MHz	200V/m
近接照射 ⁷⁾ (図6)	28M~6GHz	規格に従う

各試験は国際規格で試験方法及び試験印加レベルが定められているが、実際にこれら試験設備を保有し試験を実施している県内企業へ訪問し、導入前に当該試験の注意点などを調査・確認したことで新たな知見や試験ノウハウを習得することができた。

今回の導入による車載機器用のイミュニティ試験設備は既存設備を含めると国連が発行する車載機器のEMC試験規則ECE R10⁸⁾のほぼすべてが実施可能となり、全公設試で最大の試験対応数となる。今後は県内のみならず全国の企業からの問い合わせも期待できることから、試験規格の動向調査や企業ニーズ調査および更なる試験に関する知見やノウハウの蓄積を行い試験技術の向上維持を継続していく。

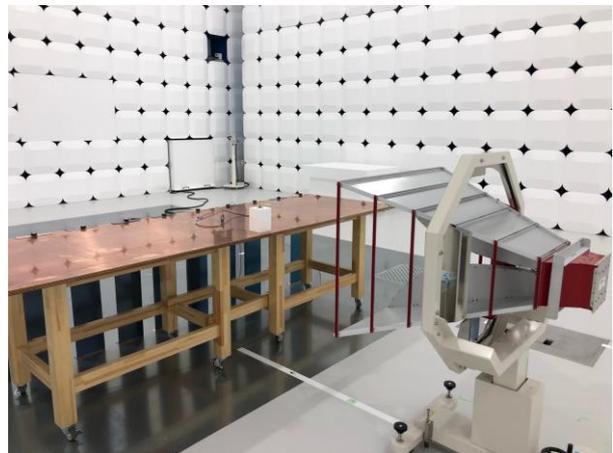


図3 アンテナ照射



図4 TEMセル



図5 ストリップライン



図6 近接照射試験用アンテナ

エネルギーによる電氣的妨害のコンポーネント試験方法-第2部:吸収材に裏打ちされたシールドルーム

- 5) ISO11452-3:2016 路上走行車-狭帯域放射電磁エネルギーによる電氣的妨害のコンポーネント試験方法-第3部:トランスバース電磁(TEM)セル
- 6) ISO11452-5:2002 路上走行車-狭帯域放射電磁エネルギーによる電氣的妨害のコンポーネント試験方法-第5部:ストリップライン
- 7) ISO11452-9:2021 路上走行車-狭帯域放射電磁エネルギーによる電氣的妨害のコンポーネント試験方法-第9部:可搬型送信器
- 8) ECE Regulation No.10(ECE R10) 車両等の相互承認に関する国際的な協定(1958年協定)に基づいて国際連合が発行した自動車や自動車への取り付けを意図したデバイスのEMCに関する規則

4 結言

エミッション測定, イミュニティ試験それぞれについて機器を保有する複数の機関や企業を訪問調査した。エミッション測定については機関間の相関性を評価するラウンドロビンテストを提案した。

今回の調査研究により試験規格の正しい解釈や試験方法, ノウハウを予め習得することができたことで, 新たなEMC試験サービスを設備等導入後スムーズに, 地域企業へ展開することが開所前に可能となった。

参考文献

- 1) EMCに関するIEV用語(JIS C 60050-161:1997)
- 2) CISPR32 Ed.2.0:2015 マルチメディア機器の電磁両立性-エミッション要求事項
- 3) CISPR11 Ed.6.0:2015 工業用, 科学用及び医療用機器-無線周波妨害特性-限度値及び測定方法
- 4) ISO11452-2:2019 路上走行車-狭帯域放射電磁

【ノート】

【令和3年度 先端技術等調査研究事業】

小角X線散乱(SAXS)による構造解析に関する技術調査

遠藤 崇正, 伊藤 桂介
材料開発・分析技術部

近年、ナノテクノロジーの発展を背景に、サブミクロン～ナノ領域を対象とした分析・評価技術として小角X線散乱(SAXS)の有用性が再認識されている。SAXSは工業・食品分野等の幅広い分野での研究開発において、今や欠かせない分析手法である。しかし、SAXS測定結果の解析やその解析結果の解釈は必ずしも容易とはいえず、当センターにおける研究開発や県内企業への技術支援業務においてSAXSが普及するに至っていない。そこで本調査では職員個々人の解析技術の向上及び、ナノ材料評価におけるSAXSの有用性調査を目的として、金ナノ粒子のSAXS測定、及び各種解析を行い、透過型電子顕微鏡(TEM)による観察結果と比較した。その結果、各金ナノ粒子のSAXSの解析結果とTEMの観察結果は概ね良く一致した。

キーワード: ナノ粒子, 小角X線散乱(SAXS), 構造解析

1 緒言

近年、ナノテクノロジーの発展を背景に、ナノ材料を扱った研究開発・技術革新が盛んに行われている。代表的な例としてはナノ粒子が挙げられる。ナノ粒子は粒子径が100nm以下にまで減少すると、表面物性の顕在化や量子サイズ効果により、バルクとは異なった物理的・化学的機能が発現される¹⁾。したがって、ナノ制御技術を用いたナノ構造材料開発にはサブミクロン～ナノスケールを対象とした分析・評価技術が今後ますます重要になると考えられる。

一般的に、ナノ粒子の分散状態や形態観察といった材料評価には電子顕微鏡が用いられる。電子顕微鏡による観察はナノ粒子を代表とするナノ材料評価において、非常に有効な評価手法である。しかし、その性質上、観測対象が局所的な箇所となることや、高真空下での観察になるため、試料観察にはいくつかの制約がある。

一方で小角X線散乱(SAXS)は、特殊な前処理が不要で非破壊で分析できること、系全体の平均的な構造情報を評価できること、多種多様な試料形態(スラリー、エマルジョン等)での測定が可能であること等の電子顕微鏡にはない利点がある。このような理由から、SAXSはタンパク質の構造解析や、ゴム中に分散したフィラーの凝集構造、階層構造の解析等、幅広い分野で欠かせない分析手法となっている。しかし、SAXSは測定結果の解析やその解析結果の解釈は必ずしも容易とはいえないことから、当センターにおける研究開発や県内企業

への技術支援業務においてSAXSが普及するに至っていない。

そこで本調査では職員個々人の解析技術の向上及び、ナノ材料評価におけるSAXSの有用性調査を目的として、金ナノ粒子のSAXS測定、及び各種解析を行い、透過型電子顕微鏡(TEM)による観察結果と比較した。

2 測定試料

測定試料はシグマ・アルドリッチ製の金ナノ粒子, 5nm diameter, silica coated, OD 1, dispersion in H₂O(以下金ナノ粒子5nm), 及び金ナノ粒子, 20nm diameter, silica coated, OD 1, dispersion in H₂O(以下、金ナノ粒子20nm)を用いた。

3 SAXS測定

3.1 測定光学系と測定条件

SAXS測定はいちシンクロトロン光センターのビームラインBL8S3の小角散乱測定光学系にて実施した。SAXS測定におけるカメラ長は約4m, X線のエネルギーは8.3keV(1.5Å)とした。各試料溶液に対するX線の露光時間は600秒とした。検出器はPILATUS-100Kを用いた。測定は図1に示す溶液セルを用い、各金ナノ粒子の試料溶液を充填した溶液セルを6連サンプルチェンジャーにセットして実施した。また解析の際のバックグラウ

ンドデータとして同様の測定条件で蒸留水についても測定を実施した。

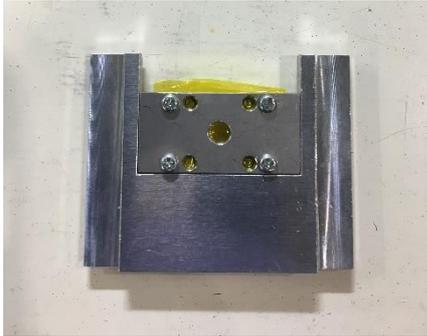


図1 溶液セル

3.2 測定結果

図2に金粒子5nmと20nmの散乱プロファイルを示す。ここで、図の横軸は散乱ベクトル($q = 4\pi \sin \theta / \lambda$), 縦軸は散乱強度($\ln(q)$)である。各強度分布は重複を避けるため、縦方向にシフトした。図中の各散乱プロファイルは測定試料の透過率補正を考慮し、バックグラウンド減算したものである。金ナノ粒子5nmと20nmの散乱プロファイルと比較すると、金ナノ粒子5nmでは周期的な極大の振動構造が見られ、球に特徴的な曲線形が見られた。一方で金ナノ粒子20nmは緩やかな極大の振動が観測されており、粒径に分布があることがこれまでの報告から解釈される²⁾。

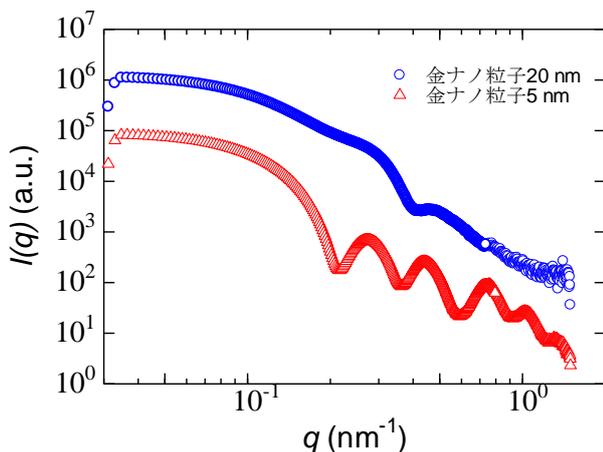


図2 金ナノ粒子(5nm, 20nm)のSAXS散乱プロファイル
(○)金ナノ粒子5nm, (△)金ナノ粒子20nm

3.2.1 Guinier近似による解析

続いて、各金ナノ粒子の散乱プロファイルにGuinier近似による解析を試みた。Guinier近似による解析は散乱体が単分散で、かつ散乱体間の相互干渉が無視で

きる希薄溶液系において、粒子の大きさを慣性半径として求めることができる解析手法である。Guinierの近似式は以下のように表される³⁾。

$$I(q) = I_0 \exp\left(-\frac{R_g^2 q^2}{3}\right) \quad (1)$$

(1)式より、散乱ベクトル(q^2)に対して散乱強度の自然対数($\ln I(q)$)をプロット(Guinier plot)したときに、Guinier領域における直線部の傾きから、散乱体の慣性半径(R_g)を求めることができる。なお、 I_0 は $q = 0$ に外挿したときの散乱強度である。Guinier plotにおける直線の傾きを算出する際にはGuinierの近似式が成り立つ領域(一般的に $q < 1/R_g$)に注意する必要がある⁴⁾。

金ナノ粒子5nmと20nmのSAXS測定結果から導出されたGuinier plotの結果を図3に示す。図2と同様に各強度分布は重複を避けるために、縦方向にシフトしてある。各図中の実線の各直線は、Guinier領域において算出された回帰直線である。Guinier領域よりも小角側の部分で直線の傾きをとり、 R_g をそれぞれ算出した。得られた R_g の値から粒子の形状パラメータである金ナノ粒子5nmと20nmの半径 R を算出したところ、それぞれ約20.7nm, 約20.5nmとなった。

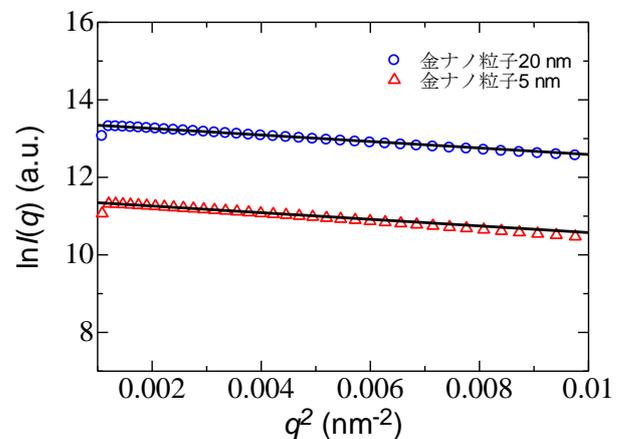


図3 金ナノ粒子(5nm, 20nm)のGuinier plot. (○)金ナノ粒子5nm, (△)金ナノ粒子20nm

3.2.2 理論散乱曲線フィッティングによる解析

散乱体の大きさを評価する他の解析手法として、理論散乱曲線フィッティングによる解析を行った。理論散乱曲線フィッティングによる解析では、散乱体のモデルを仮定し、それに応じた各構造パラメータを与えることで、粒径や粒径分布等の構造情報を得ることができる。今回測定した金ナノ粒子は粒子表面に二酸化ケイ素に

よる被覆処理がされていることから、コアシェルモデルを仮定した理論散乱関数を用いて、金ナノ粒子5nmと20nmについてフィッティングを行った。図4、5に金ナノ粒子5nmと20nmの実験曲線に対して理論散乱関数によるフィッティングを行った結果を示した。

図4、5の結果より、実測で得られた散乱プロファイルと理論散乱曲線を比較すると、金ナノ粒子5nmと20nmのフィッティングは概ね一致しているものの、測定データと理論散乱曲線にずれが生じている。これは用いたモデルの簡略化が原因であり、シェル内の密度分布を考慮する等の検討が必要とされている^{5), 6)}。シェル内密度分布を考慮した解析を含む、フィッティング解析技術については今後の課題としたい。

フィッティングの結果、金ナノ粒子5 nmではコア半径 R_1 が3.1nm、シェル半径 R_2 が21.2nmであった。また、金ナノ粒子20nmではコア半径 R_1 が10.8nm、シェル半径 R_2 が24.5nmであった。

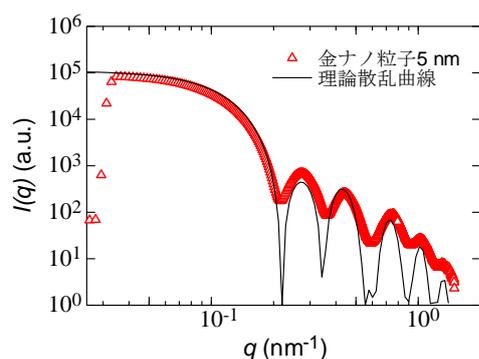


図4 金ナノ粒子5nmのフィッティング解析結果

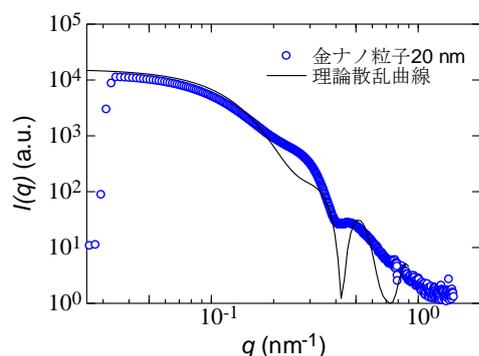


図5 金ナノ粒子20nmのフィッティング解析結果

4 電子顕微鏡観察

SAXS解析結果の妥当性を評価するため、TEMを用いて、各金ナノ粒子の観察を行った。

4.1 測定装置及び観察方法

装置は日立透過電子顕微鏡HT7800(日立ハイテク)を使用した。試料観察前に金ナノ粒子溶液を少量の界面活性剤(ドライウェル, 富士フィルム)とよく混合し、グリッド(コロジオンCOL-C15 Cu150Pグリッド, 応研商事(株))に滴下し乾燥させて観察試料とした。

4.2 観察結果

図6、7に各金ナノ粒子のTEM観察結果を示す。観察結果から5nmと20nmの両方で、中心の金ナノ粒子の周りがシリカ被覆膜で覆われている様子が確認された。コアである金ナノ粒子の直径は金ナノ粒子5nmで約4.9nm、金ナノ粒子20nmで約21.5nmであった。またシェルの厚さは金ナノ粒子5nmで約18.3nm、金ナノ粒子20nmで約17.8nmであった。これらTEM観察結果とSAXSによる各種解析(Guinier plot, 理論散乱フィッティング)の結果を比較すると概ね良く一致した。

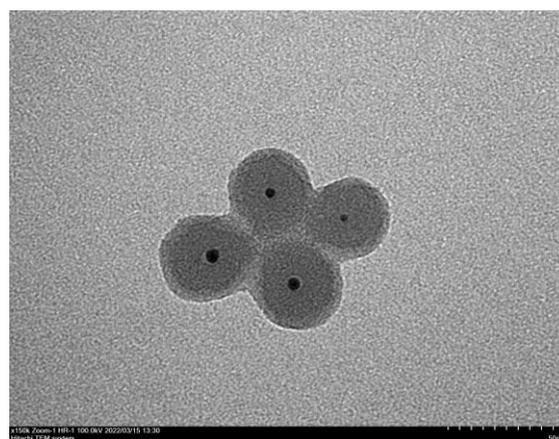


図6 金ナノ粒子5nmのTEM観察像

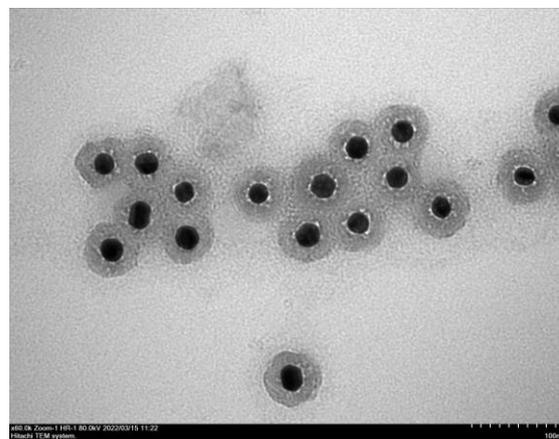


図7 金ナノ粒子20nmのTEM観察像

5 結言

SAXS による解析技術の有用性を調査することを目的として、ナノ材料評価手法である粒径の異なる金ナノ粒子(5nm, 20nm)の SAXS による各種構造解析(Guinier 近似, 理論散乱曲線フィッティングによる解析)を行った。また, 解析結果の妥当性評価のため, TEM を用いて観察を行った結果, SAXS 解析結果と概ね良く一致した。

今回実施した Guinier plot や理論散乱曲線フィッティングによる解析は SAXS における各種解析手法の一部である。SAXS の解析には他にも様々な手法があり, 一つの散乱曲線から試料の形状や表面構造等, 様々な情報を得ることができる。これらの解析手法を用途や目的に応じて適切に使い分けることで, 測定試料について詳細な情報を得ることが期待される。

謝辞

本事業を進めるにあたり多大なご協力をいただきました, 宮城県農業・園芸総合研究所の板橋建副主任研究員, あいちシンクロトン光センターの山本博子産業利用コーディネータ, 神谷和孝氏にこの場をお借りして深く感謝申し上げます。

参考文献

- 1) ナノ粒子分散薄膜標準物質に関する調査研究
林田美咲 産総研軽量標準報告 Vol.8, No1 (2010).
- 2) 小角散乱の基礎～X線・中性子の小角散乱から何がわかるか～ 松岡秀樹 日本結晶学会誌 第41巻 第4号 (1999).
- 3) Small-Angle Scattering of X-rays
A. Guinier and G. Fournet John Wiley & Sons Inc., New York (1955).
- 4) 小角散乱解析でみる古くて新しいタンパク質グリアジンのナノ凝集体構造 食品の内部構造を量子ビームで読み解く 佐藤信浩 杉山正明 裏出令子 化学と生物 Vol.55 No.4 (2017).
- 5) コロイド, ミセル, 高分子溶液への応用
松岡秀樹 日本結晶学会誌 第41巻 第5号 (1999).
- 6) X線・中性子小角散乱法-高分子ミセルへの応用を例として- 松岡秀樹 日本油化学会誌 第49巻 第10号 (2000).

【ノート】

【令和3年度 先端技術等調査研究事業】

X線分析機器の食品分野への応用に関する調査

浅野 壮宏, 高山 詩織, 水上 浩一^{*1}, 羽生 幸弘, 小山 誠司, 畑中 咲子
食品バイオ技術部, ^{*1}材料開発・分析技術部

県内食品企業による次世代放射光施設の利用に向け、放射光測定の有効性・可能性を確認するための情報提供を目指し、汎用実験機器のマイクロフォーカスX線CTで食品の測定を行った。水分の少ない乾燥食品では内部構造や配向構造の観察が可能であったが、水分の多い食品の構造観察は困難だった。そこで金属イオンによるタンパク質染色を試した結果、コントラストが強くなり内部構造の観察がある程度可能となることがわかった。マイクロフォーカスX線CTによる測定は、放射光による食品の測定に向けた検討に活用可能であることが示された。

キーワード: X線CT, 食品, 構造観察

1 緒言

放射光は、シンクロトン放射によって生じる電磁波で極めて明るく指向性の高い光である。放射光施設では、この放射光を用いて分光による様々な波長の単色光や、高コヒーレント光、偏光を活かし、汎用の実験室用機器(以下、ラボ機)では不可能な様々な分析・実験が可能である¹⁾。

宮城県では、令和6年度に運用開始される次世代放射光施設の県内企業による活用が期待されている。食品分野では、整備されるビームラインのうち²⁾イメージングやX線散乱による構造解析、階層構造解析の活用が想定される。食品の測定事例として、魚肉、畜肉、農産物の冷凍品^{3, 4)}や、麺類⁵⁾、アイスクリーム⁶⁾、油脂⁷⁾、ウイスキー⁸⁾、ワイン⁹⁾といった事例が報告されている。

一方、放射光測定の事前検討としてラボ機を用いて放射光の有効性・可能性を確認する必要があるが、当センターでは食品で測定事例の多いコンピュータ断層撮影(Computed Tomography (以下、CT))についても食品の測定はほとんど行ってこなかった。

本研究では、県内で生産される農産物や加工品をラボ機のマイクロフォーカスX線CT装置で測定し、測定条件や得られた画像について調査し、さらに水分の多い加工品ではタンパク質染色を試したので報告する。

2 実験方法

2.1 測定方法

測定にはマイクロフォーカスX線CT装置(コムスキャンテクノ(株), ScanXmate-D225RSS270)を用いた。標準測定条件は、管電圧60kV、管電流167 μ A、解像度6.5 μ m/pixel、検出器マトリックス1,856 \times 1,472 pixel²(ピニング1 \times 1)とし、露光時間0.5秒/枚、投影枚数1,200枚のフルスキャンとした。画像の再構成には機器付属のソフトウェア(cone CT express)を用いた。画像解析にはImageJ (ver. 1.53c, National Institute of Health, USA)を、再構成像の3次元投影では、Molcer (ver. 1.8.1.0, (有)ホワイトラビット)を用いた。なお、スライス像のコントラストは画像間では規格化されていない。

2.2 試料

県内の特産物として農産物はイチゴ、乾燥食品は油麩と温麺(機械麺、手延べ麺)、水分の多い加工品はカニ風味蒲鉾(以下カニカマ)と充填豆腐を小売店より購入して用いた。イチゴの凍結乾燥は、-30 $^{\circ}$ Cのブラストチラー((株)フジマック, FRBCT6)で2時間冷凍後、真空凍結乾燥機(東京理化工機(株), FD-550P)で40 $^{\circ}$ C、48時間行った。

油麩、温麺、カニカマ、充填豆腐は、 ϕ 6mmまたは ϕ 8mmの皮膚生検用パンチ器具(生検トレパン(貝印(株)))を用いて切り出し供試した。

コントラスト増大のための染色剤として、リンタングステ

ン酸ナトリウム(富士フィルム和光純薬(株))を10mM水溶液として用いた。試料を含浸した後、0.5mlマイクロ遠心チューブに入れて測定した。

3 結果と考察

3.1 農産物

特産農産物であるイチゴを測定した(図1)。生のスライス像(a)では中心部の空隙は観察できたが、3次元投影(b)では内部構造の観察は困難だった。水分がイチゴ全体に存在しているため密度や組成の差が小さく、コントラストがつかないと考えられた。真空凍結乾燥後のスライス像(c)では内部の空隙が見え、3次元投影(d)において内部の維管束が偽果の中心から瘦果へ伸びる様子が観察できた。水分が少なくなり、繊維等と空隙の密度や組成に起因する差が大きくなったためと考えられた。イチゴの他、ナス、トマト、パプリカ、タマネギでも乾燥により内部構造の観察が可能になることを確認した(データ非掲載)。農産物は脂質・タンパク質が少なく、後述する金属イオンによるタンパク質染色も困難なことから、乾燥による組織変化はあるものの、ラボ機での観察には凍結乾燥品を試すことが考えられた。

一方、放射光において、冷凍イチゴ中の微細氷結晶

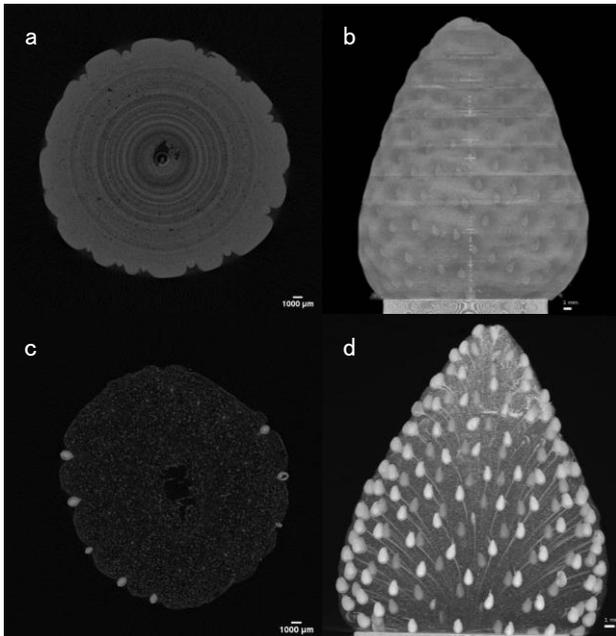


図1 イチゴのCT撮影像

生の(a)スライス像, (b)3次元投影像

乾燥品の(c)スライス像, (d)3次元投影像

測定条件:(a,b)100kV,100μA,解像度 58.1μm/pixel, (ビニング 2×2), 露光時間 0.2s, 投影枚数 600 枚, (c,d)50kV, 100μA, 解像度 58.1μm/pixel, (ビニング 2×2), 露光時間 0.5s, 投影枚数 1200 枚。

を透過イメージングで観察することは困難であることが報告¹⁰⁾されていたが、近年、位相コントラストを用いた枝豆の導通組織の観察¹¹⁾や、X線回折格子干渉法によるさくらんぼの導通組織の可視化¹²⁾が報告されており、次世代放射光施設による詳細な観察が期待される。

3.2 加工食品

県内で製造された油麩, 温麺, カニカマおよび充填豆腐について測定した。

3.2.1 油麩, 温麺

油麩では(図2), 内部の網目構造および中心部と外皮の違いが観察され, 網目構造の配向性や目の大きさの評価が可能と考えられた。また, 外皮に吸収された油も観察できた。内部構造の違いによる食感への影響や, 製法による構造の差異など, 定量的議論に用いることも考えられた。

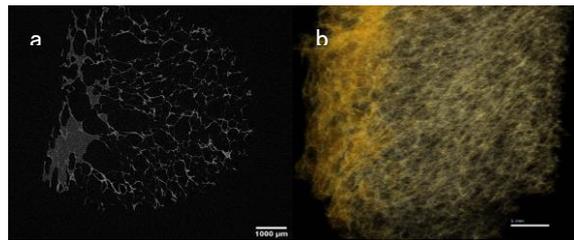


図2 油麩のCT撮影像

(a)スライス像, (b)3次元投影像

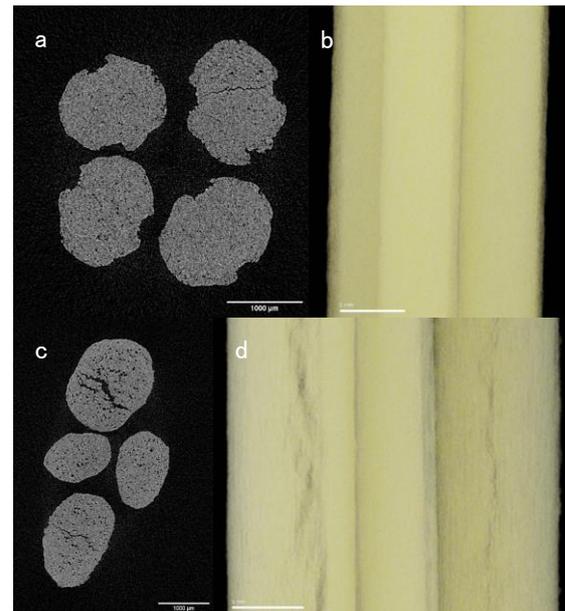


図3 温麺のCT撮影像

機械麺の(a)スライス像, (b)3次元投影像

手延麺の(c)スライス像, (d)3次元投影像

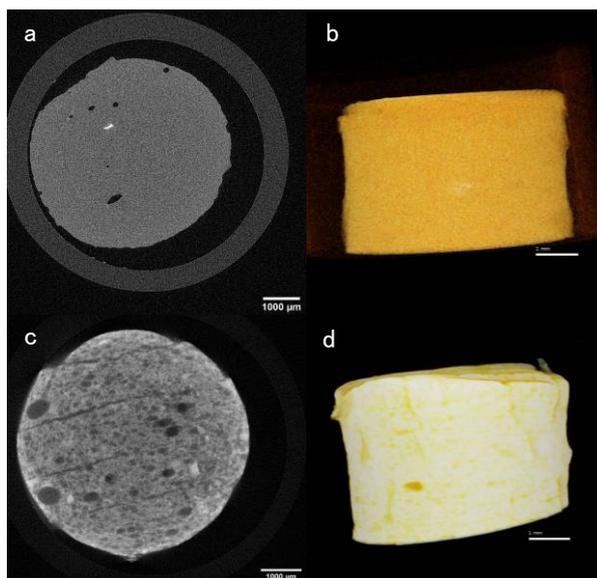


図4 カニカマのCT撮影像

染色前の(a)スライス像, (b)3次元投影像

染色後の(c)スライス像, (d)3次元投影像

温麺は同じメーカーの製造する機械麺と手延べ麺を測定した(図3)。手延べ麺(c,d)は機械麺(a,b)に比べ断面形状が不揃いで内部に空隙も見られた。麺線方向に見られた亀裂は、SPring-8で測定した手延べそうめんでも観察され、グルテン層の配向性によると報告されている⁵⁾。一方で、SPring-8で観察されたグルテンに担持されたデンプン粒は観察できなかった。解像度の差(文献⁵⁾値:0.65 $\mu\text{m}/\text{pixel}$)によると考えられた。このように、水分の少ない乾燥品では内部構造を観察できたが、放射光ではより高倍率での測定が可能¹³⁾であり、単色光を用いられることから、より高コントラストが得られると期待される。また、乾燥食品は、喫食するために水戻しをしたり、熱水でゆでるといった処理が行われる。SPring-8では、口腔崩壊錠の導水・崩壊の挙動も観察しており¹⁴⁾、麺の吸水過程・加熱過程などの経過測定も可能と考えられた。

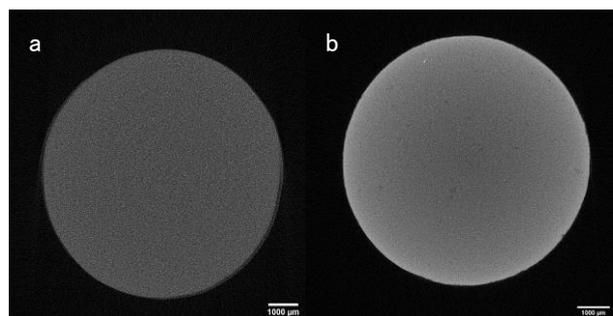


図5 豆腐(充填)のスライス像

(a)染色前, (b)染色後

3.2.2 カニカマ, 充填豆腐

カニカマでは(図4)、染色前(a,b)はカニカマの特徴である繊維状構造は観察できなかった。内部の空隙や原料由来の魚の骨と思われるものは観察されたが、水分が組織全体に存在しているため、繊維と空隙のコントラストが弱くなったと考えられた。コントラストを強くするため、10mMリンタングステン酸ナトリウム水溶液に48時間浸漬し染色を試みた。電子染色剤として知られる¹⁵⁾リンタングステン酸はアミド基と反応することが報告されており^{16, 17)}、タンパク質の染色に有効と考えた。染色後(c, d)、カニカマの繊維状構造と思われる配向性をもつ空隙が観察され、染色前に見られなかった様々な空隙が観察された。染色により、タンパク質を含む繊維と空隙とのコントラストが強くなったためと考えられた。

次に、充填豆腐を測定した(図5)。染色は10mMリンタングステン酸ナトリウム水溶液に24時間浸すことで行い、その後、水に24時間浸し脱塩を行った。染色後のスライス像(b)では、染色前(a)に見えなかった空隙が観察されたが、放射光測定で報告されているネットワーク構造は観察できなかった^{18, 19)}。リンタングステン酸ナトリウムによる染色はタンパク質が含まれる試料に限られ、浸漬条件の精査が必要だが、コントラストが強くなり内部構造がある程度可視化できる可能性を見出した。放射光では、ラボ機で利用されるX線よりもより低エネルギーの単色光が利用できることから、無染色での観察が期待される。

4 まとめ

食品の放射光測定の有効性・可能性を確認するための情報提供を目指し、ラボ機のマイクロフォーカスX線CTで県産農産物と加工品の測定を行った。生のイチゴの観察は困難だったが、凍結乾燥品は内部構造が観察できた。水分の少ない油麩、温麺はそのまま内部構造が観察できたが、水分の多いカニカマ、充填豆腐はリンタングステン酸ナトリウムに浸漬しタンパク質染色することで、内部個構造がある程度観察可能となった。以上の結果から、食品のラボ機によるCT測定は放射光施設での測定に向けた検討に活用可能であることが示された。放射光施設では、位相や時間分解能、高輝度単色光といった性能を最大限に活かした測定が期待される。

謝辞

本研究を進めるにあたり、農業・園芸総合研究所にイチゴ、パプリカ等を提供頂きました。ここに記し感謝の意を表します。

参考文献, 引用URL

- 1) 後藤俊治. 放射光の特徴. *ぶんせき*. 2015, (1), pp.2-7
- 2) 国立研究開発法人量子科学技術研究開発機構 量子ビーム科学部門次世代放射光施設整備開発センター. “次世代放射光施設ビームライン概要”. 国立研究開発法人量子科学技術研究開発機構. <https://www.qst.go.jp/uploaded/attachment/26729.pdf> (参照 2022-05-12).
- 3) 佐藤真直, 梶原堅太郎, 佐野則道. 放射光を用いたX線CTによる冷凍食品中の氷結晶組織3次元非破壊観察. *日本食品工学会誌*. 2016, 17(3), pp.83-89.
- 4) 上原康, 須藤和幸, 本谷宗, 松本真理子, 柴田舞子. 異なる冷凍条件での冷凍食品中氷結晶の状態評価. *SPring-8/SACLA利用研究成果集 Section B*. 2016, 4(2), pp.320-323.
- 5) 細田捺希, 高山裕貴, 赤田樹, 青井雄幹, 原信岳, 吉村美紀. 貯蔵期間の異なる手延べそうめんの正常と構造観察. *日本調理科学会誌*. 2019, 52(6), pp.386-394.
- 6) 都甲洙, 佐瀬勘紀, 小林りか, 佐藤真直, 褒英煥, 前田竜郎, 上野茂昭, 荒木徹也. 極低温マイクロームイメージングシステムとX線CTによるアイスクリームの内部構造計測. *日本食品工学会誌*. 2020, 21(3), pp.113-121.
- 7) 仲西堅剛. 食用油脂分野における放射光利用の可能性. *オレオサイエンス*. 2022, 22(2), pp.22-26.
- 8) Morishima, Ken.; Nakamura, Noriko.; Matsui, Keisuke.; Tanaka, Yoshikazu.; Masunaga, Hiroyasu.; Mori, Shoko.; Iwashita, Takashi.; Ii, Xiang.; Shibayama, Mitsuhiko. Formation of Clusters in Whiskies During the Maturation Process. *J. Food Sci.* 2019, 84(1), pp.59-64.
- 9) dos Anjos, Marcelino José.; Lopes, Ricardo Tadeu.; de Jesus, Edgar Francisco Oliveira.; Moreira, Silvana.; Barroso, Regina Cely.; Castro, Carlos Roberto Ferreira. Trace elements determination in red and white wines using total-reflection X-ray fluorescence. *Spectrochim. ACTA B*. 2003, 58(12), pp.2227-2232.
- 10) 佐野則道. 第12回SPring-8産業利用報告会. *SPring-8/SACLA 利用者情報*. 2015, 20(4), pp.361-364.
- 11) Hidaka, Masafumi.; Miyashita, Shuhei.; Yagi, Naoto.; Hoshino, Masato.; Kogasaka, Yukiya.; Fujii, Tomoyuki.; Kanayama, Yoshinori. High-Resolution X-ray Phase-Contrast Imaging and Sensory and Rheometer Tests in Cooked Edamame. *Foods*. 2022, 11(5), pp.730-742.
- 12) 東北大学多元物質科学研究所. “X線イメージングと構造解析の融合に成功 —各画素でnm オーダーの定量的構造解析が可能に—”. 東北大学プレスリリース. https://www.tohoku.ac.jp/japanese/newimg/pressimg/tohokuuniv-press20191004_03web_Xray.pdf (参照 2022-5-17)
- 13) 小谷久, 合谷祥一, 平松修一, 山野善正. マイクロX線CTによる, 油調済みパン粉の微細構造観察. *SPring-8/SACLA利用研究成果集 Section B*. 2018, 6(2), pp.310-314.
- 14) 岡林智仁, 石川左枝, 平邑隆弘, 上杉健太郎, 星野真人. 口腔内崩壊錠(OD錠)用賦形剤を用いたOD錠の迅速崩壊における導水過程および崩壊挙動についての3次元構造解析. *SPring-8/SACLA利用研究成果集 Section A*. 2018, 6(2), pp.215-218.
- 15) 仁士賢一, 山県英彦, 安保純郎, 中村滋. 燐タングステン酸(P.T.A.)の電子染色性に関する研究. *医療*, 1967, 21(3), pp.273-279.
- 16) 小島啓太郎, 細田覚. ポリマーアロイの微細構造の電子顕微鏡観察. *電子顕微鏡*. 1994, 28(3), pp.150-156.
- 17) 高橋洋平, 西岡麻依子, 加藤淳, 日笠茂樹, 岩路仁, 永田員也, 浅野敦志. 耐衝撃性を示すポリケトン/ポリアミドポリマーアロイにおけるナノ構造の評価. *高分子論文集*. 2009, 66(12), pp. 577-584.
- 18) 小野伴忠. 大豆から豆乳・豆腐が生成する機構とそれに影響を与える諸因子(大豆加工における成分相互作用の解明と応用に関する研究). *日本食品科学工学会誌*. 2008, 55(2), pp. 39-48.
- 19) 太子食品工業. “油揚の網目構造形成過程の解析”. 宮城県HP.

<https://www.pref.miyagi.jp/documents/37776/838868.pdf> (2022-06-09 参照)

【ノート】

無線湿度測定システムを用いた恒温恒湿槽の湿度性能の評価

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、槽内での湿度性能を把握するため、無線湿度測定システムを用いた性能評価を行った。その結果、予備実験で取得した補正値をセンサの測定値に適用することにより、システムが有効に機能することを示した。さらに、無線湿度測定システムで2台の超低温恒温恒湿槽の槽内の湿度分布を測定し、その結果、2台の超低温恒温恒湿槽で湿度性能には顕著な違いは見られず、いずれも槽内湿度は低湿度設定時にはやや高め、高湿度設定時には低めとなる傾向が見られた。

キーワード: IoT, 無線, 恒温恒湿槽, 湿度センサ

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。その際に温湿度測定を行っているのは、槽内中央と乾球・湿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、それ以外の箇所での温湿度分布は明らかになっていない。そこで、令和2年度には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¹⁾。

令和3年度は、超低温恒温恒湿槽の湿度性能を評価するため、無線温度測定システムを応用した無線湿度測定システムを開発し、センサ性能評価と槽内の湿度測定を行った。

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。

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	-70～150℃	-70～150℃
設定可能 湿度範囲	20～98%RH	20～98%RH

2.2 無線湿度測定システム

今回の実験で用いた無線湿度測定システムは、送信デバイス、湿度センサ、通信ケーブル、受信デバイスで構成される。令和2年度に温度測定を行った無線温度測定システムを応用し、槽内に設置した湿度センサと槽外の送信デバイスとを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」²⁾を用いた。図1にIoT体験キットの外観写真を示す。



図 1 IoT 体験キットの外観写真

図2に湿度センサとして使用したボッシュ社BME280の搭載基板の外観写真を示す。BME280は温度、湿度、気圧の3つの環境情報を同時に測定可能なセンサであるが、今回の実験では湿度データのみを用いた。BME280の仕様³⁾を表2に示す。

湿度センサはa～fの6個を用意し、それぞれをケーブルを介してIoT体験キットに接続した。

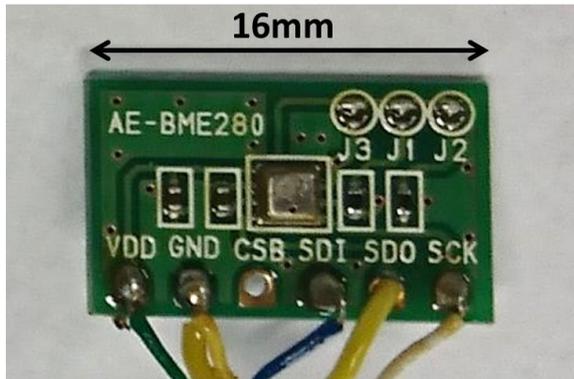


図2 湿度センサ(BME280)搭載基板の外観

表2 湿度センサ(BME280)の仕様

湿度範囲	0～100%RH
応答時間	1秒
湿度精度	±3%RH
ヒステリシス	±1%RH
データ取出	I ² Cバス

湿度センサからのデータ取り出しには、I²Cバスを使用した。

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、別途設置したデータロガーまたはパソコンで槽内に備え付けの乾球・湿球温度から得られる湿度データを記録した。測定間隔はいずれも1分とした。

2.3 無線湿度測定システムの測定精度検証

図3に湿度センサの性能評価のために設定した温湿度制御プログラムをグラフにして示した。温度保持を25℃、55℃の2条件とし、25℃では50%RH、90%RHの2条件、55℃では30%RH、50%RH、90%RHの3条件で湿度設定を行い、各温湿度での保持時間を6時間とした。なお、昇温、降温に時間を要するため、設定した温湿度での保持時間は6時間よりも短くなる。

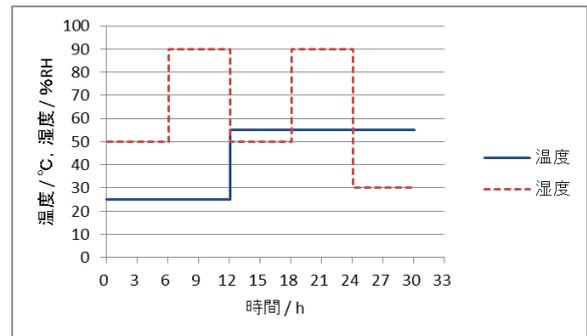


図3 温湿度制御プログラム

2.4 超低温恒温恒湿槽の湿度性能の評価条件と測定箇所

図4に槽内での湿度測定箇所の模式図を示す。①～⑪で示した箇所に湿度センサを設置した。準備した湿度センサが6個であったため、槽内中央と上段(①～⑥)、槽内中央と下段(①, ⑦～⑪)と2回に分けて測定を行った。各測定において、①の位置には常に同じ湿度センサaを設置した。温湿度制御プログラムは図3に示す無線湿度測定システムの精度検証に用いたものと同じプログラムを使用した。

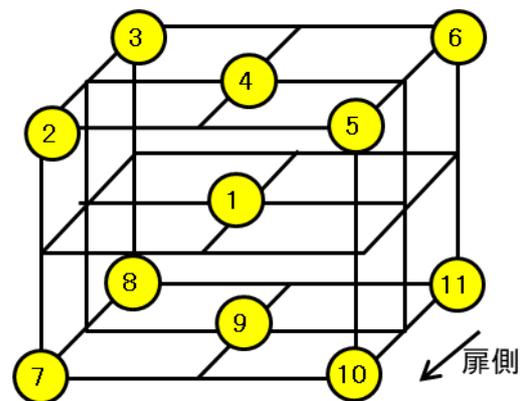


図4 槽内での湿度測定箇所

図5にPSL-4KPHの槽内上段の湿度測定を行った際の湿度センサ設置の写真を示す。湿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やビニールタイで梯状の棚に固定し、湿度センサを①～⑥の位置に設置した。槽内上方右奥には、装置の温湿度制御に用いる乾球・湿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。

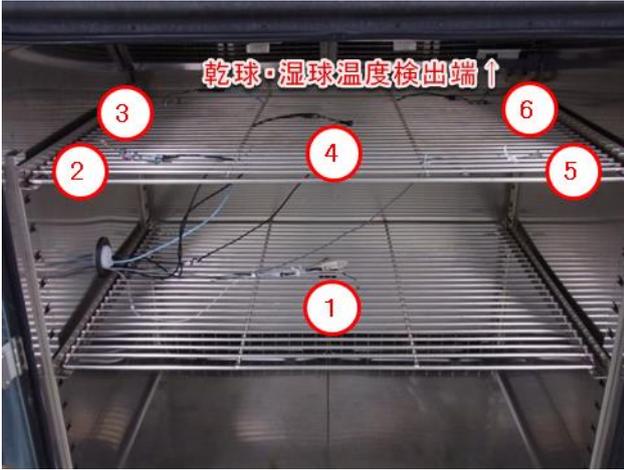


図5 槽内上段での湿度センサの設置写真 (PSL-4KPH)



図6 精度検証時の湿度センサの設置写真

3 結果及び考察

3.1 無線湿度測定システムの測定精度検証

湿度センサaを2台の超低温恒温恒湿槽の中央に設置し、図3に示す温湿度制御プログラムで繰り返し湿度測定を行った結果を表3に示す。PSL-4KPHでは合計3回、PSL-2KPHでは2回の測定を行った。湿度センサaの測定値は設定値から最大7.3%RHの誤差を生じているが、繰り返しによるばらつきは、いずれの装置を用いた場合でも最大約1%RHであることが分かった。この結果から、湿度センサの測定値を適切に補正することにより、精度良く湿度測定が可能になることが示唆された。

表3 湿度センサ a の繰り返し湿度測定結果

温湿度条件	PSL-4KPH			PSL-2KPH	
	1回目	2回目	3回目	1回目	2回目
25℃, 50%	46.71	47.90	46.50	48.17	47.93
25℃, 90%	85.84	85.38	85.16	84.69	84.36
55℃, 30%	26.43	26.64	26.34	26.47	26.29
55℃, 50%	44.05	44.21	43.67	43.82	43.30
55℃, 90%	86.33	85.27	85.26	83.31	82.71

湿度センサa～fの測定精度を把握するため、超低温恒温恒湿槽(PSL-4KPH)中央に6個の湿度センサa～fと基準となる湿度センサ((株)ティアンドデイ社 SHA-3151:測定精度±2.5%RH@0～99%RH)を図6に示すように設置した。

図3に示す温湿度制御プログラムで温湿度設定を5条件に変化させたときの各条件における湿度の測定結果を表4に示す。平均湿度等の計算には、各条件での保持時間のうち後半3時間分のデータを使用した。

表4 無線湿度測定システムの測定精度検証結果

温湿度条件	本体	SHA-3151	a	b	c	d	e	f	
25℃, 50%	平均湿度	50.10	50.71	46.71	49.82	47.19	45.41	48.81	50.09
	最大湿度	50.43	51.00	47.02	50.11	47.49	45.73	49.17	50.47
	最小湿度	49.88	50.50	46.39	49.51	46.84	45.05	48.47	49.75
	標準偏差	0.0972	0.0927	0.1057	0.1119	0.1190	0.1152	0.1139	0.1238
	標準偏差	0.0972	0.0927	0.1057	0.1119	0.1190	0.1152	0.1139	0.1238
25℃, 90%	平均湿度	90.10	89.19	85.84	88.90	90.13	87.36	90.74	93.06
	最大湿度	90.45	89.30	86.11	89.25	90.49	87.73	91.10	93.41
	最小湿度	89.78	89.00	85.54	88.47	89.72	86.94	90.30	92.67
	標準偏差	0.1175	0.0626	0.1429	0.1608	0.1542	0.1536	0.1519	0.1556
	標準偏差	0.1175	0.0626	0.1429	0.1608	0.1542	0.1536	0.1519	0.1556
55℃, 30%	平均湿度	30.08	31.31	26.43	31.56	24.28	22.98	26.81	30.11
	最大湿度	30.21	31.50	26.65	31.80	24.54	23.23	27.05	30.31
	最小湿度	29.96	31.20	26.25	31.39	24.12	22.79	26.65	29.92
	標準偏差	0.0417	0.0738	0.0887	0.0857	0.0841	0.0876	0.0858	0.0792
	標準偏差	0.0417	0.0738	0.0887	0.0857	0.0841	0.0876	0.0858	0.0792
55℃, 50%	平均湿度	50.10	50.02	44.05	49.14	43.03	41.18	45.35	48.44
	最大湿度	50.19	50.20	44.21	49.30	43.23	41.40	45.57	48.65
	最小湿度	49.94	49.90	43.92	49.00	42.88	41.03	45.21	48.28
	標準偏差	0.0538	0.0614	0.0594	0.0600	0.0656	0.0701	0.0663	0.0740
	標準偏差	0.0538	0.0614	0.0594	0.0600	0.0656	0.0701	0.0663	0.0740
55℃, 90%	平均湿度	90.13	89.79	86.33	89.65	87.21	84.46	88.62	91.47
	最大湿度	90.39	89.90	86.69	90.06	87.51	84.79	89.01	91.75
	最小湿度	89.90	89.60	85.89	89.19	86.78	83.97	88.28	91.16
	標準偏差	0.0866	0.0424	0.1662	0.1698	0.1635	0.1834	0.1737	0.1238
	標準偏差	0.0866	0.0424	0.1662	0.1698	0.1635	0.1834	0.1737	0.1238

SHA-3151と各湿度センサとの平均湿度の差を表5に示す。センサによってSHA-3151の測定値との差が大きく異なること、また、温湿度条件によってSHA-3151と湿度センサの測定値の差がまちまちであることが分かった。槽内の湿度分布測定にはこの差を湿度センサの補正值として用いた。以降の湿度測定結果はこれらの補正值を適用したものである。

表5 SHA-3151を基準とした湿度センサの補正值

温湿度条件	a	b	c	d	e	f
25℃, 50%	4.00	0.89	3.52	5.30	1.90	0.62
25℃, 90%	3.35	0.29	-0.94	1.82	-1.55	-3.87
55℃, 30%	4.88	-0.25	7.03	8.33	4.50	1.20
55℃, 50%	5.97	0.88	6.99	8.84	4.67	1.58
55℃, 90%	3.46	0.14	2.58	5.33	1.17	-1.68

3.2 超低温恒温恒湿槽内の平均湿度

図7に(a)PSL-4KPHと(b)PSL-2KPHの25℃, 50%RH設定時の各測定箇所での平均湿度を示す。PSL-4KPHの場合、槽内の湿度は設定値よりも高めになったが、槽内下部は設定値との差は1%RH未満で、良好な値が得られた。PSL-2KPHでは、いずれの箇所も設定よりも高めとなった。

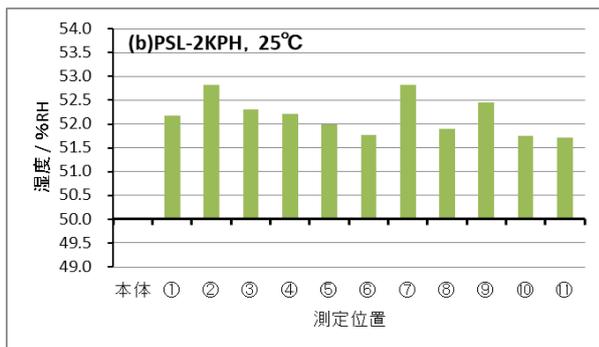
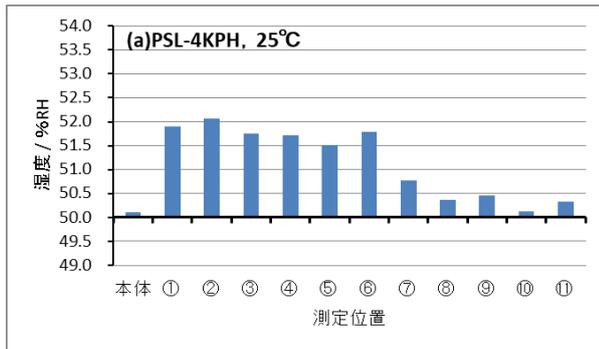


図7 (a)PSL-4KPHと(b)PSL-2KPHの25℃, 50%RH設定時の各測定箇所での平均湿度

図8に(a)PSL-4KPHと(b)PSL-2KPHの25℃, 90%RH設定時の各測定箇所での平均湿度を示す。PSL-4KPH, PSL-2KPHともに槽内の湿度は設定値より低めとなり、PSL-4KPHでは槽内の湿度ばらつきが大きくなる傾向が見られた。

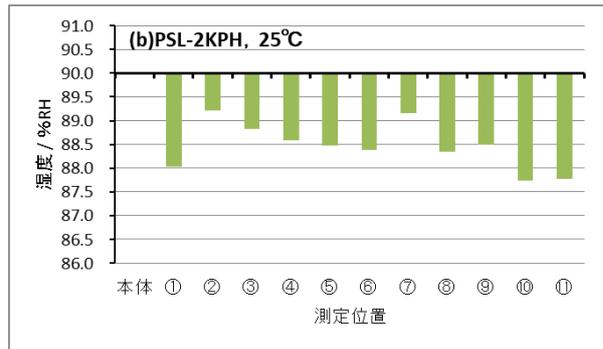
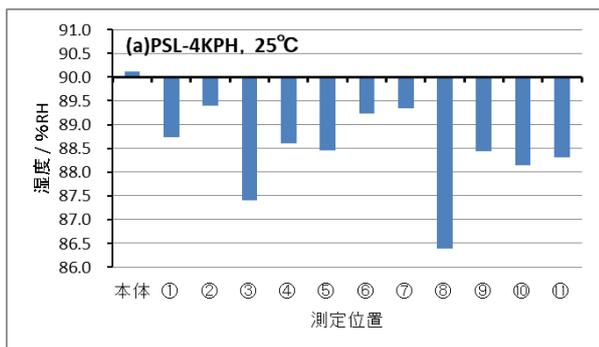


図8 (a)PSL-4KPHと(b)PSL-2KPHの25℃, 90%RH設定時の各測定箇所での平均湿度

図9に(a)PSL-4KPHと(b)PSL-2KPHの55℃, 30%RH設定時の各測定箇所での平均湿度を示す。2台とも槽内の湿度は設定値よりもやや高めだが、大きなばらつきは見られなかった。

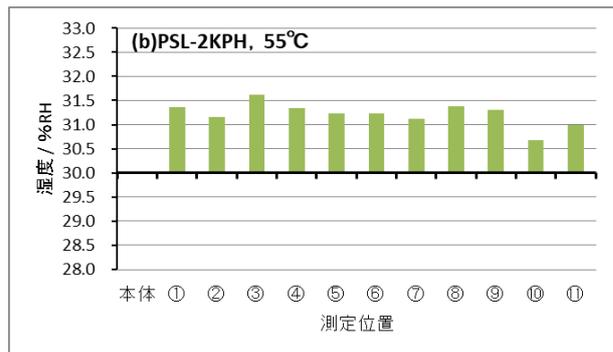
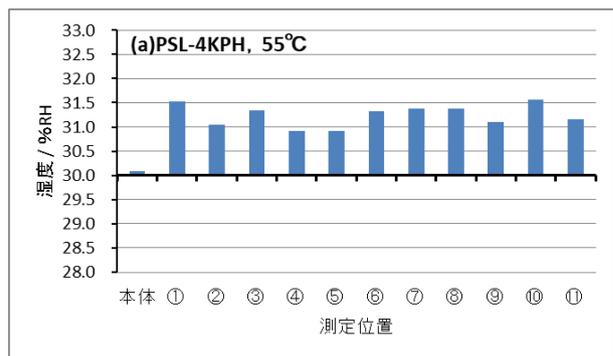


図9 (a)PSL-4KPHと(b)PSL-2KPHの55℃, 30%RH設定時の各測定箇所での平均湿度

図10に(a)PSL-4KPHと(b)PSL-2KPHの55℃, 50%RH設定時の各測定箇所での平均湿度を示す。2台とも槽内の湿度は設定値とほぼ等しく、特にPSL-4KPHではいずれの測定値も設定値から±0.5%RH以内と良好な結果が得られた。

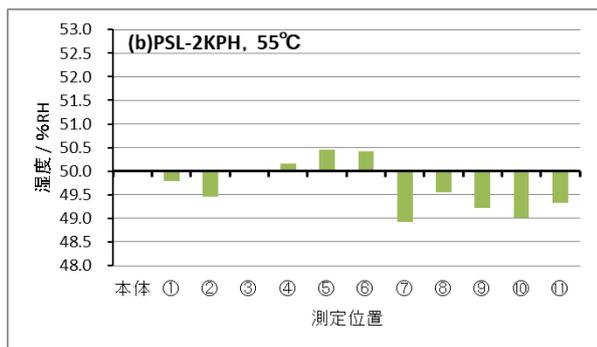
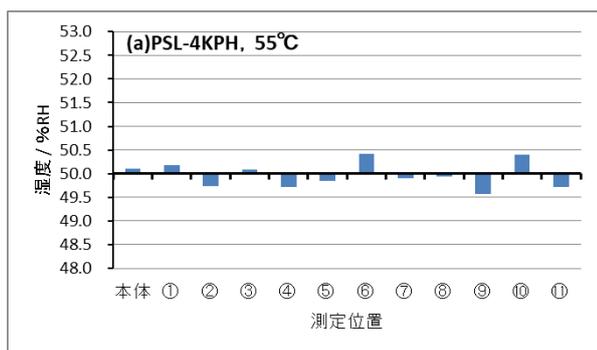


図 10 (a)PSL-4KPH と(b)PSL-2KPH の 55°C, 50% RH 設定時の各測定箇所での平均湿度

図11に(a)PSL-4KPHと(b)PSL-2KPHの55°C, 90%RH 設定時の各測定箇所での平均湿度を示す。2台とも槽内の湿度は低めとなり、設定値との差はPSL-2KPHの方がやや大きい傾向が見られた。

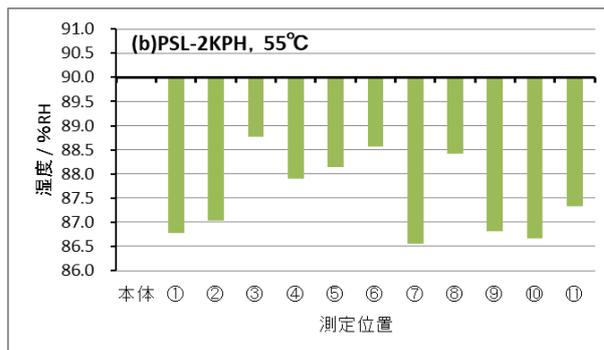
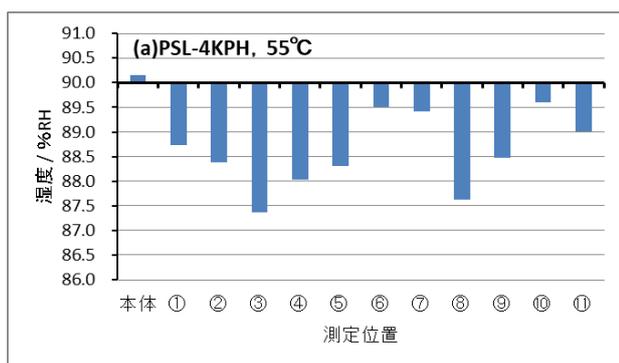


図 11 (a)PSL-4KPH と(b)PSL-2KPH の 55°C, 90% RH 設定時の各測定箇所での平均湿度

4 結言

令和2年度に開発した無線温度測定システムを応用して無線湿度測定システムを開発し、恒温恒湿槽内の湿度分布を測定した。測定に用いた湿度センサは基準とした湿度センサSHA-3151との間に最大8.8%RHの誤差があったが、基準湿度計との補正値を適用することにより十分な精度で湿度測定が可能であることが分かった。ただし、補正値は温湿度条件によって異なるため、測定条件と同条件での予備実験が必要となる。

2台の超低温恒温恒湿槽で湿度性能には顕著な違いは見られず、いずれも槽内湿度は低湿度設定時にはやや高め、高湿度設定時には低めとなる傾向が見られた。

本実験では湿度データのみを取り扱っているが、IoT体験キットには今回用いた湿度センサと令和2年度に使用した温度センサ(アナログ・デバイス社 ADT7410)を同時に接続することができ、槽内の温湿度情報を同時に測定することも可能である。

参考文献

- 1) 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,宮城県産業技術総合センター研究報告, 18, 2021, p.76-81
- 2) 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
- 3) BME280のデータシート:
<https://www.bosch-sensortec.com/media/boschsensortec/downloads/datasheets/bst-bme280-ds002.pdf>

【ノート】

防災重点ため池の地震加速度の監視, 及びそのための簡易自立電源の開発

小野 仁, 小泉 慶雄^{*1}, 遠藤 武聡^{*1}機械電子情報技術部, ^{*1}北部地方振興事務所

宮城県には5,175か所の内、点検が義務づけられている防災重点ため池は519か所があり、地震時点検等を低コストかつ安全に維持管理することが課題となっている。この中で地震発生時の管理コストを低減するため、安価なMEMS式3軸加速度センサにより地震の加速度振幅を評価できないか試みた。また、ため池では系統電源を得ることができないため、低コストな自立電源としてモバイルバッテリーやポータブル電源と太陽電池パネルを組み合わせた簡易自立電源を開発した。

簡易自立電源はボードコンピュータを用いた機器一般を系統電源から独立させて長期間動作させることのできるため、幅広い応用が可能である。

キーワード: IoT, 地震, 加速度, ため池, 監視, 自立電源, モバイルバッテリー, ポータブル電源

1 緒言

宮城県には519か所の防災重点ため池があり、そのうち河川法で定めるダム扱いとなる堤高が15m以上のものは震度4(地震観測地点)以上で点検が必要であるが、加速度が80gal(0.08G:Gは重力加速度)以下であれば二次点検は必要無いとされる。

IoT体験キット¹⁾において使用しているMEMS式3軸加速度センサであれば測定可能と思われるため、北部地方振興事務所と協力して、加美町にある孫沢ため池にて測定を試行することになった。

一方で孫沢ため池を含む多くのため池は系統電力(発電所で発電された電力)を得ることができないため、長期運用のためには、受信機及び記録装置の電源を環境発電により得る必要がある。

このような自立電源装置は既に存在しているが、単体では手に入りにくいこと、近年安価なモバイルバッテリーやポータブル電源(以下モバイルバッテリー)が普及していることから、太陽電池とモバイルバッテリーを組み合わせた簡易自立電源の開発を試みた。

2 簡易自立電源の技術的課題

モバイルバッテリーは単体の電池と比較して、保護回路が組み込まれているため安全であること、

大量に生産されているため安価であること、リチウムイオン電池が内部に組み込まれているため鉛蓄電池と比較して大容量であるという利点があるが、モバイル機器の充電が目的であるため、

- ① 充電と放電が同時にできない
 - ② 流れる電流が小さくなると放電を停止する
- といった特性により自立電源として使用できない場合が多い。

これを回避し、装置に連続して電源を供給するため、制御回路が必要となる。なお、制御を容易にするため、モバイルバッテリーによりUPS(無停電電源)を充電し、負荷(受信機及び記録装置)はUPSにより動作させることにした。また、UPSに搭載する電池の容量は負荷を1日程度動作可能なものとした。

3 無線センサ, 受信機及び記録装置

無線センサは長距離送信が可能な920MHz帯の無線デバイスを用いたIoT体験キット¹⁾により構築し、電源として単3乾電池3本を用いた。無線センサは1分間に1回データを送信するため、消費電力は180 μ Wであり電池交換は数年に1回で良い。

受信機は無線センサと同じ無線デバイスを使用した。受信側は常に動作するため、データ受信機の消費電力は164mWである。

記録装置は通常ノートパソコンを使用するが消費

電力が大きく自立電源には向かないため、ボードコンピュータの中でも消費電力が小さい(500mW程度) Raspberry Pi Zero Wを使用した。

4 簡易自立電源及び制御回路

装置の全体像及び制御機構を図1に示す。

第1に、制御回路は太陽光の強度を監視し、昼間の太陽光が一定値以上の場合にモバイルバッテリーの出力とUPSの入力を遮断し、夜間などの太陽光が一定値以下の場合にモバイルバッテリーの出力とUPSの入力を接続する。

これにより、充電中に放電できないタイプのモバイルバッテリーも使用可能になる。

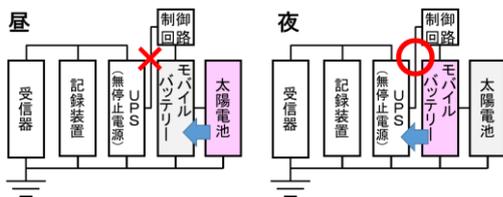


図1 太陽光強度による制御

第2に、制御回路はモバイルバッテリーが放電停止した場合にバッテリーを刺激して放電を継続させる(図2参照)。

モバイルバッテリーの出力電圧は5Vだが、電流が一定値(数100mA程度)以下である状態が一定時間(数10秒)続くと、多くの場合電圧が半分程度まで下がり、負荷が切り離されるまでこの状態(以下、放電停止状態という)を継続することになるため、自立電源としては不都合である。

そこで、制御回路内のマイコンはモバイルバッテリーの出力電圧を監視し、電圧が一定値低下になったことを検知したら、一定時間モバイルバッテリーの出力をUPSの入力と切り離す。これによりモバイルバッテリーは放電停止状態から復帰する。

これにより、負荷の消費電力が一定値以下の場合でも、安定的に電力を供給可能となる。

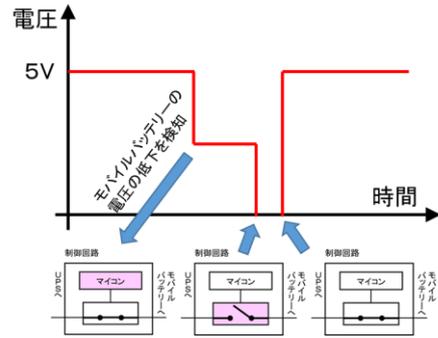


図2 モバイルバッテリーの電圧による制御

第3に、モバイルバッテリーとUPSの間の電流の経路を遮断/接続する方法として、フォトリレーと電力保持機構を用いた。電力保持機構は、フォトリレーによる電力の低下を防止する機構である。

フォトリレーはメカニカルリレーと比較して大幅に省電力である。またFETと比較した場合、どのような電圧でも動作するというメリットがある。

一方でフォトリレーは ON 抵抗が大きいいため、電力経路に応用するためには、図3のようにフォトリレーが ON になったことを検知して FET によりフォトリレーをバイパスする電力保持機構が必要となる。

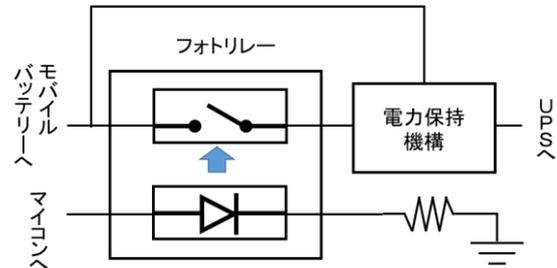


図3 電流遮断/接続機構

これらの制御機構を組み込んで作成した制御回路の試作結果を図4に示す。

回路図作成には TINA12 を使い、回路図から自動生成した PCB 図により基板作成を外注した。マイコンは ATMEGA328 を使用し、省電力モードを使用した結果、制御回路自体の消費電力は 1mW 以下となった。

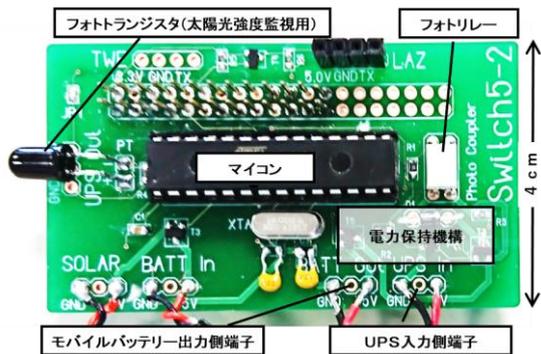


図4 制御回路

5 UPS, モバイルバッテリーと太陽電池

UPS内部の電池の容量は1日以上動作を保証するため10Ah, モバイルバッテリーの容量は1週間以上日照が無いことを想定して60Ah以上, 太陽電池の容量は, 1時間程度の日照で1日分以上の電力を供給するため, また建屋の中にある南側窓に内側から密着するといった設置条件上の制約から, 60Wとした。

6 動作結果

上記の制御回路を組み込んだ簡易自立電源を用いたデータ記録装置の写真を図5に示す。



図5 簡易自立電源を用いたデータ記録装置

上記のデータ記録装置を実際に動作し, 太陽電池出力電圧, UPS内部電圧, モバイルバッテリーの出力電圧をモニターした結果を図6に示す。

日中はUPSから負荷に電力を供給するためUPS内部電圧が減少する一方でモバイルバッテリーが太陽電池により充電され, 夜間はモバイルバッテリーからUPSに充電されるためUPS内部電圧が上昇している。またUPS内部電圧が一定値となった(UPS内部の電池が満充電となったことを示す)後, モバイルバッテリー出力電圧の

低下が複数回発生しているが何れも復帰しているため, 制御回路が設計通りの動作をしていることがわかる。

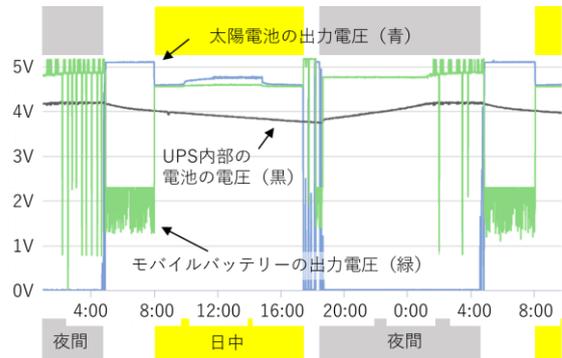


図6 簡易自立電源の動作結果

受信機, 記録装置, UPS, 制御回路を組み合わせた全体の消費電力の実測値は 1.1~1.4W程度となった。

本データ記録装置は現在, 図7の通り孫沢ため池に設置して実験中である。なお, 無線センサは堤体上部の建屋内と堤体下部の放流口にそれぞれ方向を揃えて固定し, 位置や方向による違いの検出も試みている。

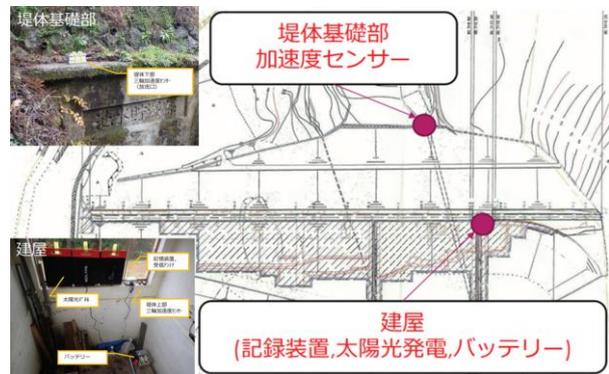
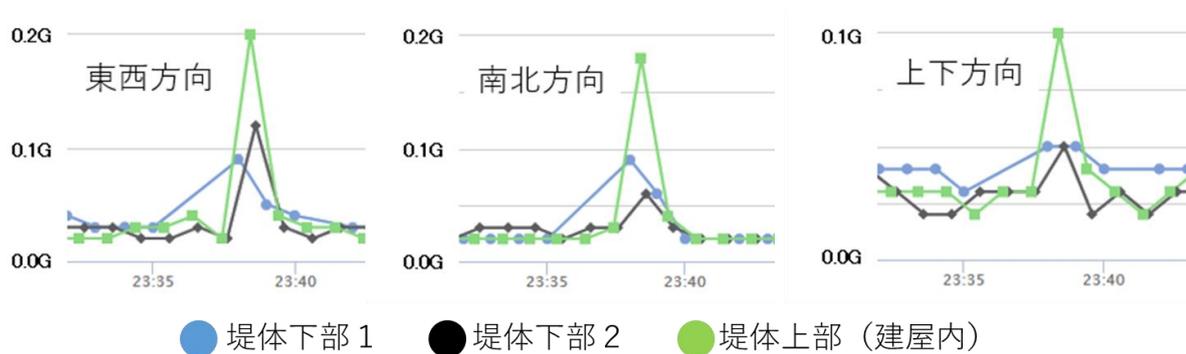


図7 データ記録装置取付位置図

本実験中に測定箇所の加美町で震度5強となる地震が発生したので, その時の加速度測定結果を図8に示す。

震度5強の加速度振幅(周波数によるが0.1G程度以上²⁾)を概ね正しく捉えており, 0.08Gを超えたものがあるので二次点検が必要である。また, 垂直方向より水平方向が大きく, 堤体下部より堤体上部が大きい, といったこともわかる結果となっている。

2022年3月16日 23時36分頃
 福島県沖で震度6強（測定場所の加美町で震度5強）の地震発生時の加速度測定結果



測定条件：「370ミリ秒毎に120回測定後、振幅を算出し送信」を1分毎に実施

図8 地震発生時の加速度振幅測定結果

7 結言

地震発生時のため池の管理コストの低減を目的として、モバイルバッテリーと太陽電池パネルを組み合わせた低コストな簡易自立電源を開発した。またこの電源で動作する無線センサにより、震度5強の地震の加速度振幅を測定した。

今後は他の震度での加速度測定結果を得るために実験を継続してゆきたい。

参考文献

- 1) 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,宮城県産業技術総合センター研究報告, 18, 2021, p.27-30
- 2) 気象庁 地震と加速度の解説サイト 図4
<https://www.data.jma.go.jp/eqev/data/kyoshin/kaisetsu/comp.html>

宮城県産業技術総合センター研究報告

ISSN 1349-1741

令和3年度 No.19

2022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/>
