

平成22年度

長崎県工業技術センター研究報告

REPORT OF
INDUSTRIAL TECHNOLOGY CENTER OF NAGASAKI

No.40

長崎県工業技術センター

INDUSTRIAL TECHNOLOGY CENTER OF NAGASAKI

目 次

1.	長崎県産物由来の植物性乳酸菌及び酵母を活用した加工食品の開発	1
	食品・環境科 科 長 河 村 俊 哉	
	食品・環境科 専門研究員 晦 日 房 和	
	食品・環境科 主任研究員 玉 屋 圭	
	食品・環境科 研 究 員 松 本 周 三	
	長崎国際大学 薬 学 部 教 授 榊 原 隆 三	
	九州大学大学院 農 学 研 究 院 准 教 授 松 井 利 郎	
	長崎県立大学シーボルト校 看 護 栄 養 学 部 教 授 田 中 一 成	
	食品製造企業5社	
2.	有色ばれいしょの加工品開発	4
	食品・環境科 主任研究員 玉 屋 圭	
	農林技術開発センター 食品加工研究室 室 長 西 幸 子	
	主任研究員 濱 辺 薫	
3.	茶葉とびわ葉を原料とした高機能性発酵茶の新機能解明と実用化に向けた研究	7
	食品・環境科 主任研究員 玉 屋 圭	
	食品・環境科 研 究 員 前 田 正 道	
	農林技術開発センター 茶 業 研 究 室 主 任 研 究 員 宮 田 裕 次	
4.	非接触式水分ストレス計の開発	11
	機械システム科 科 長 兵 頭 竜 二	
	電子情報科 科 長 指 方 顕	
	電子情報科 主任研究員 田 中 博 樹	
5.	複合センサを用いた遠隔監視装置の開発	15
	機械システム科 主任研究員 田 口 喜 祥	
6.	アスパラガス収穫用ロボットハンドメカニズムの高度化	17
	機械システム科 主任研究員 入 江 直 樹	
	長崎大学大学院生産科学研究科 教 授 石 松 隆 和	
7.	機械加工技術の効率化・高精度化のための研究	21
	機械システム科 主任研究員 小 楠 進 一	
8.	環境変動に対応した移動システムの開発	24
	電子情報科 主任研究員 堀 江 貴 雄	
	電子情報科 科 長 指 方 顕	
	協和機電工業株式会社 研 究 開 発 部 門 グループ長 酒 井 寿 美 雄	
	協和機電工業株式会社 研 究 開 発 部 門 上 田 訓 之	
	マックスコーポレーション株式会社 システム技術開発部 小 西 準 哉	
	株式会社九州テン 事 業 推 進 課 池 田 廣 一	
	九州工業大学 名 誉 教 授 安 部 憲 広	
	九州工業大学情報工学部機械情報工学科 准 教 授 田 中 和 明	
9.	食品に含まれる微生物の簡易検出装置の開発	27
	電子情報科 主任研究員 田 尻 健 志	
	食品・環境科 研 究 員 松 本 周 三	
	徳島大学大学院 教 授 原 口 雅 宣	
	九州大学大学院 教 授 今 任 稔 彦	
	(協力機関) 環境保健研究センター	

10. 金属配線パターン直接描画法の開発	電子情報科 主任研究員	田中博樹	30
11. DLC膜形成技術開発と精密産業への展開	次長兼応用技術部長 ファインコーティング株式会社 代表取締役社長 ダムシュタット工科大学 教授	馬場恒明 古田英司 W. Ensinger	33
12. 精密機械加工における環境に優しい冷却システムの開発	工業材料科 科長	瀧内直祐	37
13. シミュレーション技術を活用した分子構造基盤薬物設計の研究(第2報)	工業材料科 主任研究員	重光保博	41
14. 植物バイオマスを活用した熱硬化性樹脂の開発	工業材料科 主任研究員 工業材料科 科長 佐世保工業高等専門学校 教授	市瀬英明 瀧内直祐 古川信之	45
15. アコヤ貝真珠層タンパク質を配合したスキンケア商品の開発	食品・環境科 専門研究員 長崎大学水産学部 教授 長崎大学水産学部 教授 長崎大学先端生命科学研究支援センター 教授 広島大学薬学部 教授 株式会社舞椿 代表取締役	晦日房和 原研治 長富潔 松田尚樹 杉山政則 中山幸男	50
16. 海水魚の閉鎖循環型大規模陸上飼育システムの構築	食品・環境科 専門研究員 総合水産試験場 環境養殖技術開発センター 養殖技術科 科長 水産加工開発指導センター 加工科 科長 株式会社西日本流体技研 研究開発部	大脇博樹 山本純弘 岡本昭 黒川由美	52

県内資源を活用した加工食品の開発 ～長崎県産物由来の植物性乳酸菌及び酵母を活用した加工食品の開発～

食品・環境科 科 長	河村 俊哉
食品・環境科 専門研究員	晦日 房和
食品・環境科 主任研究員	玉屋 圭
食品・環境科 研究員	松本 周三
長崎国際大学 薬学部 教授	榊原 隆三
九州大学大学院 農学研究院 准教授	松井 利郎
長崎県立大学シーボルト校 看護栄養学部 教授	田中 一成

食品製造企業5社

長崎県内産の発酵食品や農産物から植物性乳酸菌を分離し、得られた乳酸菌の食品機能（機能性、保存性、呈味性）を調べることで有用微生物を獲得する。得られた微生物を活用し食品機能を向上させた新規発酵食品の商品化を目指している。今回は昨年に引き続き、漬物、醤油、味噌製造企業をはじめとした県内の発酵食品製造企業から製品や原料等のサンプルをいただき、植物性由来の原料から乳酸菌を分離した。さらに、獲得した乳酸菌による製品の味に関わる乳酸、酢酸等を産生する能力を調べるため、乳酸菌を MRS 培地で培養した後の発酵培養液の有機酸分析を行った。また、発酵培養液の抗酸化能を調べるために DPPH ラジカル消去活性試験も行ったので報告する。

1. 緒言

生活習慣に起因するメタボリックシンドローム等により医療費が増加する中、セルフケアという観点より毎日の食事から健康を維持していくことが重要とされる。食品業界にもその責務が求められ、さまざまな研究、技術開発を行い対応にあたっている。これまでの研究により「プロバイオティクス(腸内の微生物のバランスを改善することにより、人や動物に有益に働く菌体のこと)」等の概念が次第に広まり、古くから食される微生物を利用した発酵食品は特に見直されている。

そのような中で乳酸菌を活用した市場は、植物性乳酸菌を含む飲料を投入したことで、売上高が約 1.5倍となった乳酸菌飲料市場をはじめ、乳製品市場、化粧品市場、健康食品市場、さらにはペット市場にまで大きな広がりを見せており、潜在的な市場が存在すると考えられる。また、発酵食品業界では価格競争が厳しいこともあり、乳酸発酵にかかわる微生物資源の探索や、機能性を付加した新しい商品の開発が強く求められているのが現状である。

そこで、機能性成分や良好な呈味・香り成分、抗菌成分を生産する有用な微生物を探索する。そして、そ

れらの微生物を活用し発酵食品の味や香りを改善し、保存性を向上させ、効率的に食品機能の改善、品質の安定化を図る。また、製品の食味、香り、食感の評価、比較を行うことで差別化し、付加価値の高い商品開発、消費の拡大に繋がる技術支援を目的に本研究を行う。

2. 実験方法

2. 1 乳酸菌培養液の有機酸分析

分析用の乳酸菌培養液は MRS培地に各乳酸菌を植菌後、48時間嫌気条件下で培養したものを 2,000 × g で遠心分離し、その上清を用いた。有機酸の分析には各サンプルを 10倍希釈し、0.45 μm のフィルターでろ過した後、以下の条件で測定した。

- ・装置 : HPLC Waters 660
- ・検出器: 電気伝導度検出器 Waters 431
- ・カラム: Organic Acid 7.8 × 300 mm (Waters)
- ・温度: 50°C
- ・移動相: 5 mM p-トルエンスルホン酸水溶液
(緩衝液: 5 mM p-トルエンスルホン酸水溶液、100 mM EDTA・2Na、20 mM Bis-Tris)
- ・流速: 0.8 ml/min

2. 2 乳酸菌培養液の DPPHラジカル消去能による抗酸化作用の測定

乳酸菌培養液の抗酸化作用の評価は、有色で簡易迅速な手法である DPPH(1,1-ジフェニル-2-ピクリルヒドラジル)ラジカルを用いて実施した。方法は、須田らの方法を一部改変して行った^[1]。試料は、MRS培地に乳酸菌を接種後 36° Cで 2日間嫌気培養し、5,000 rpmで遠心した培養上清を純水で 12.5倍希釈して用いた。なお、ここではブランクに純水を、またコントロール(C)は同じ培地で菌の接種を行わないで同様に嫌気培養・希釈したものを使用した。400 μ M DPPH (in EtOH)、0.2 M MES buffer (pH 6.0)及び EtOHの 3試薬を同量混合し、96穴プレートに各々 150 μ l分注した。さらに試料の希釈培養液(又は希釈培地、純水) 50 μ lを加え攪拌し、室温で 20分間反応した。その後、反応液をマイクロプレートリーダー波長 520nmで測定した。結果は、1次スクリーニングでは n=2で、2次スクリーニングでは n=4で行った平均値を用い、ブランクに対する DPPHラジカルの消去能を相対比として算出した。

3. 結果及び考察

発酵食品製造企業よりいただいた漬物、醤油、味噌、果実等のサンプルから乳酸菌及び酵母が得られた。前年度分を合わせ、これまでに乳酸菌が計 600株、酵母が計 150株獲得することができた^[2]。

有機酸の分析結果から乳酸、酢酸の量を図 1に示す。乳酸を 15 mg/ml 以上産生する菌は比較的酢酸の産生量も多く、目視による菌の増殖も早いものが多かった。乳酸の量は味や香り品質保持に関わるため、今後の試作に用いる菌を選ぶ際の大きな指標となる。

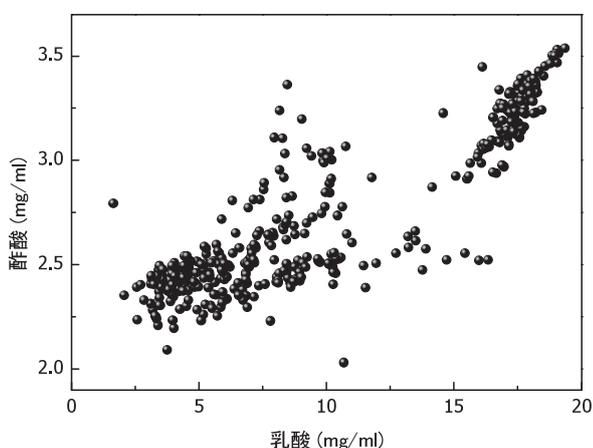


図 1 乳酸菌培養液の乳酸及び酢酸量

抗酸化作用の測定は予備試験として、好気条件で MRS培地の濃度を変えて DPPHラジカル消去能を調べたところ、培地自身に活性があることが判明した。そこで、一般的な乳酸菌の培養である嫌気条件でも調べたところ、嫌気条件は好気条件より DPPHラジカル消去活性が高く、時間的にもその活性が維持されていることもわかった。これらのことから、試料である培養液と培地の比較が容易ではないことが予想された。そのため、培養液と培地の条件を菌の接種の有無だけの最小限の違いになるよう条件設定した。

1次スクリーニングの結果の一部を図2に示している。コントロール(C)の培地だけで約 20%の DPPHラジカル消去活性が認められるが、これに対し A1、A2、A4および A6はその活性がコントロールより 5%以上高く、再現性も確認できた。このような手法により、598株の乳酸菌培養液を調べ 93株選択した。さらに、2次スクリーニングでは n=4で活性及び再現性を確認し、抗酸化性物質を生産する可能性のある乳酸菌として 46株選択した。

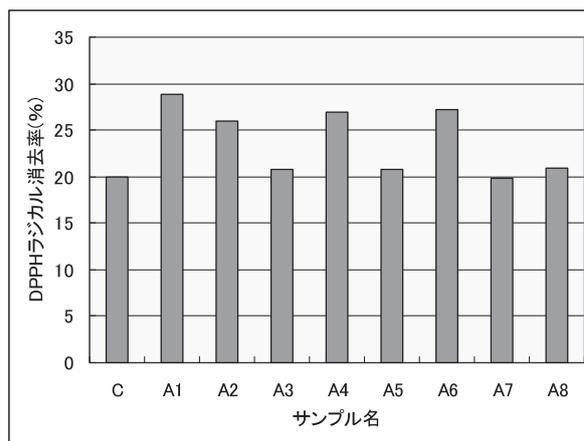


図 2 乳酸菌培養液の DPPHラジカル消去率

4. 結言

本年度の研究で、獲得乳酸菌の有機酸産生能、抗酸化能が明らかになった。今後は乳酸菌の機能性をさらに調べるとともに、試作及び官能試験を行い、製品化へと繋げていく。

5. 謝辞

終わりに臨み、共同研究者であり、乳酸菌や酵母の分離源となるサンプルの提供や試作のアドバイス等をいただいた県内食品製造企業 5社の方々、また本研究に関わる一連のご指導、ご協力をいただきました、長崎国際大学薬学部の榎原隆三教授、九州大学大学院農

学研究院の松井利郎准教授、長崎県立大学シーボルト校看護栄養学部の田中一成教授、を始め関係の方々に深くお礼を申し上げます。

参考文献

- [1] 須田郁夫: 抗酸化機能①分光学的抗酸化機能評価、食品機能研究法、pp.218-223、光琳
- [2] 河村、他: 長崎県工業技術センター研究報告 39、pp.1-2(2009)

有色ばれいしょの加工品開発

食品・環境科 主任研究員 玉屋 圭
農林技術開発センター 食品加工研究室 室長 西 幸子
主任研究員 濱 辺 薫

農林技術開発センターで育成された「西海 31 号」は、アントシアニン色素を含む赤皮赤肉の品種である。本品種はでんぷん含有量が高く、特にポテトチップスなど油加工適性に優れるという特性を有している。

本研究では「西海 31 号」の高付加価値化を目的として、抗酸化性を検討するために、1, 1-diphenyl-2-picrylhydrazyl (DPPH) ラジカル消去活性を測定したので報告する。

1. 緒言

平成 20 年のバレイショの国内生産量は 274 万トンであり、昭和 40 年の 406 万トンから年々減少し続けている。一方、平成 20 年の国内消費量は 361 万トンであり、輸入品がそのうち 87 万トンを占めており、平成 12 年から年間 80 万トン台を維持している。また、青果用での消費量は減少しており、加工食品での消費が年々増大している^[1]。しかしながら、加工食品での国内産の利用は 4 割程度であり、食品加工に適した品種の育成が求められてきた。

県農林技術開発センターでは、機能性成分のアントシアニンを含み、肉色が赤色で、加工および調理適性の高い「西海 31 号」を育成した。平成 18 年 11 月に品種登録出願を行い、平成 21 年 2 月に新品種として登録された^[2]。

西海 31 号は①赤皮、楕円形で、目が浅くて形崩れが少なく、外観がよい、②肉色は赤色で、機能性成分アントシアニンを含む、③でん粉価は 14% 台と高く、ポテトチップ等の油加工原料用に適するなどの特徴を有している。

本研究では、「西海 31 号」の抗酸化性を検討するために、DPPH ラジカル消去活性を測定したので報告する。

2. 実験方法

① 試供材料

西海 31 号は農林技術開発センターばれいしょ研究室で栽培された春作のものをサンプルとした。1 個のばれいしょを凍結乾燥により粉末を得た。本検討にはこの乾燥粉末を用いた。

比較対象としてはニシユタカ(皮; 黄白色、肉; 白色)を採用した。ニシユタカは暖地の二期作用品種であり、

いもの早期肥大に優れ多収であることから、九州を中心に広く栽培されている^[1]。同様に乾燥粉末を調製して本検討に供した。

② ばれいしょ粉末からの抽出液の調製

ばれいしょ粉末 0.5 g に対して、80% エタノール 10 ml を加え、16 時間暗所で放置後、遠心分離し、上清を得た。残渣に再度 80% エタノール 10 ml を加え、得られた上清と先に得られた上清とを合わせて 25 ml にメスアップした。

③ 西海 31 号の DPPH ラジカル消去活性

DPPH ラジカル消去活性の測定は沖らの方法^[3]に準じ、DPPH 溶液の 520 nm における吸光度を 96 穴マイクロプレートリーダー法にて測定した。DPPH ラジカル消去活性は乾燥重量 1 g あたりの Trolox 相当量として算出した。

④ 総ポリフェノール量の測定

総ポリフェノール量の測定はフォーリン・デニス法^[4]により測定した。脱イオン水 1.6 ml を添加した試験管に 80% エタノール抽出液 100 μ l に加え、次いでフォーリンデニス試薬 100 μ l、飽和炭酸ナトリウム溶液 200 μ l を添加して 30 分間反応を行った。その後、760 nm での吸光度を測定し、乾燥重量 1 g あたりのクロロゲン酸相当量として算出した。

⑤ 総アントシアニン量の測定

総アントシアニン量は 520 nm での吸収を測定する方法^[5]により算出した。乾燥粉末 0.5 g に 5% トリフルオロ酢酸 20 ml を添加し、16 時間暗所で放置後、遠心分離し、上清を得た。上清を順次希釈し、520 nm

での吸光度を測定し、乾燥重量 1 g あたりのシアニン-3-グルコシド相当量として表示した。

3. 実験結果

① DPPH ラジカル消去活性

西海 31 号及びニシユタカの DPPH ラジカル消去活性を表 1 に示した。西海 31 号は 6.9 ~ 13.4 (平均 9.3) μ mol-Trolox/g-乾燥重量と高い消去活性を有していた。比較対照であるニシユタカ (2.9 ~ 5.1 (平均 4.0) μ mol-Trolox/g-乾燥重量) と比べると、2 倍以上の活性を有していることが示された。

表 1 DPPHラジカル消去活性 (μ mol-Trolox/g)

	西海 31 号		ニシユタカ
①	13.4	①	3.4
②	7.8	②	5.1
③	8.9	③	2.9
④	9.6	④	5.0
⑤	6.9	⑤	3.7
Mean \pm SD	9.3 \pm 2.4		4.0 \pm 1.0

② 総ポリフェノール量の測定

西海 31 号及びニシユタカの総ポリフェノール量を表 2 に示した。西海 31 号は平均 424 mg/100 g-乾燥重量というポリフェノール含量を示し、ニシユタカの 164 mg/100 g と比較すると 2 倍以上の差異が認められた。西海 31 号の強い DPPH ラジカル消去活性は含有されるポリフェノールに由来していることが推察された。ただし、個別サンプルのラジカル消去活性と総ポリフェノール含量との関係を確認したところ、相関関係は認められなかった。

表 2 総ポリフェノール量 (mg/100 g)

	西海 31 号		ニシユタカ
①	332	①	197
②	302	②	154
③	643	③	130
④	358	④	172
⑤	483	⑤	165
Mean \pm SD	424 \pm 134		164 \pm 24

③ 総アントシアニン量

さらに、西海 31 号に含まれる総アントシアニン量を測定した結果、85 ~ 164 mg/100 g-乾燥重量 (平均 125) を有していた。特にサンプル①は、高いアントシアニン含量を示したが、ラジカル消去活性についても最も高い活性を示していたことから、西海 31 号に含まれるアントシアニンと抗酸化性に関連があるものと考えられた。

表 3 総アントシアニン量 (mg/100 g)

	西海 31 号
①	164
②	131
③	114
④	131
⑤	85
Mean \pm SD	125 \pm 29

4. 考 察

今回、西海 31 号の高付加価値化を目的として、DPPH ラジカル消去活性を検討した結果、従来品種よりも高い活性を有することが明らかとなった。

さらに、本品種のラジカル消去活性はポリフェノール成分、特にアントシアニン成分と関連があることが示唆された。抗酸化性を有するアントシアニン成分については、紫カンショ^[6]、赤キャベツ^[7]、イチゴ^[8]などで明らかにされている。本研究においても西海 31 号に含まれるアントシアニン成分の抗酸化性について検討を行う予定である。

本研究は長崎県試験研究機関戦略プロジェクトとして、県農林技術開発センターと共同で研究を行った。

参考文献

- [1] ばれいしょの生産・販売の現状と全農の新品種普及へ向けた取り組み、グリーンレポート、503, 2-5 (2011)
- [2] 田宮誠司、森一幸、草原典夫、向島信洋、中尾敬、石橋祐二：赤肉バレイショ新品種「西海 31 号」、長崎県総合農林試験場研究報告、34, 91-115 (2008)
- [3] 沖智之、増田真美、古田収、西場洋一、須田郁夫：日本食品科学工学会、48 (12)、926-932 (2001)
- [4] 津志田藤二郎：ポリフェノールの分析法、食品

機能研究法、318-322, 光琳

[5] 三浦周行：アントシアニン、新・食品分析法
653-660, 光琳

[6] Furuta S. et al.: High tert-butylperoxyl radical
scavenging activities of sweet potato cultivars with purple
flesh., *Food Sci. Technol. Int. Tokyo*, 4(1), 33-35 (1998)

[7] Igarashi K. et al.: Preventive effects of dietary
cabbage acylated anthocyanins on paraquat-induced oxidate
stress in rats., *Biosci. Biotechnol. Biochem.*, 68, 1600-1607
(2000)

[8] 豊福博記、曾根一純、山口博隆、沖村誠、北谷恵美：
九州農業研究 67, 153 (2005)

茶葉とびわ葉を原料とした高機能性発酵茶の新機能解明と 実用化に向けた研究

食品・環境科 主任研究員 玉屋 圭
研究員 前田 正道
農林技術開発センター 茶業研究室 主任研究員 宮田 裕次

長崎県産の未利用資源であるビワ葉と緑茶番茶を原料とした発酵茶の製造方法を確立した^{[1],[2]}。本報告では、発酵茶が有する中性脂肪低下作用を検討するために、*in vitro*での評価(腭リパーゼ阻害性)を実施した。さらに官能試験を行った結果、本発酵茶は渋味が少なく、爽快で飲みやすい茶であることが示されている。そこで本研究では、味認識装置を用いて発酵茶の味測定を実施し、味に関する特徴の解明を試みた。

1. 緒言

近年、食生活の欧米化とともに、がん、循環器系疾患、アレルギー等の生活習慣病が若年から老年層にわたって増大している。それに伴って、機能性食品の売り上げが年々増加(特定保健用食品の市場規模(2005年); 6229億円(日本健康・栄養食品協会調べ))している。今後の高齢化の進展や医療費の増大等を考慮すると、この分野は更なる成長を遂げると予想されることから、疾病リスクを軽減する機能性食品の開発は新事業の創出及び育成に繋がると考えられる。

一方、長崎県の園芸特産品であるお茶は近年の輸入茶の増大により、番茶の価格が低下している。同じく園芸特産品であるビワも競争果実の多様化の影響を受けていることから、葉などの未利用部分を用いた新たな製品開発が急務とされている。

そこで我々は本県産の未利用資源である緑茶とビワ葉を利用した発酵茶の製造方法を確立した^{[1],[2]}。

本研究では、本発酵茶の健康機能性(中性脂肪低下作用)を検討するために、腭リパーゼ阻害性を測定した。さらに、本発酵茶が機能性食品として日常的に摂取されるためには、茶飲料としての美味しさを担保する必要がある。そこで、発酵茶の味に関する特徴を明らかにすることを目的として、味認識装置による測定を実施し、緑茶との比較を行った。

2. 実験方法

発酵茶は最も高い香味が得られた条件(緑茶番茶とビワ葉の混合比9:1)で製造したものを使用した。なお、発酵茶の原料である緑茶は7月採取された三番茶を使用した。同じく発酵茶の原料であるビワ葉も7月に採取されたものを使用した。

発酵茶葉 20 g を熱水 1 L 中で 10 分間攪拌し、ろ過により得られたエキスを濃縮後、凍結乾燥によって粉末を得た。本検討にはこの乾燥粉末を用いた。

① 発酵茶の腭リパーゼ阻害性

ブタ膵臓由来リパーゼ (Type VI -S) 及び腭リパーゼの疑似基質 4-methylumbelliferyl oleate (4-MU) はシグマ製を使用した。活性測定は以下のように実施した^[3]。水に溶解したサンプル 25 μ l をマイクロプレートに添加し、13 mM Tris-HCl containing 0.15 M NaCl and 1.3 mM CaCl₂ (pH8.0) に溶解した基質 (0.1 mM 4-MU) を 50 μ l 添加した後に、25°C、5 分間プレインキュベートした。同じ緩衝液に溶解した酵素溶液 (50 U/ml) を 25 μ l 添加し、酵素反応を開始した。25°C、30 分間反応させた後に、0.1 M クエン酸ナトリウム (pH4.2) 溶液を 1ml 添加し、反応を停止させた。リパーゼにより遊離した 4-methylumbelliferone 量を蛍光光度法(励起波長; 355 nm、蛍光波長; 460 nm)により測定した。

② カテキン及びテアフラビンの分析

茶の主要成分であるカテキン類、茶葉の発酵によって生成する紅茶色素のテアフラビン類の腭リパーゼ阻害性を測定した。茶中のカテキン類として、(-)-エピカテキン(EG)、(-)-エピカテキンガレート(ECG)、(-)-エピガロカテキン(EGC)、(-)-エピガロカテキンガレート(EGCG)の4種類を測定に供した。これらのカテキン類の標品は、株式会社フナコシ製を用いた。

また、テアフラビン類として、テアフラビン(TF)、TF-3'-モノガレート(3-TF)、TF-3'-モノガレート(3'-TF)、及びTF-3、3'-ジガレート(3,3'-TF)の4種類を測定した。標品には和光純薬製のものを使用した。

③ 発酵茶の味測定

発酵茶葉 2g を熱水 100 ml 中で 5 分間攪拌し、ろ過によりエキスを調製した。味測定には本エキスを 10 倍希釈したものを用いた。比較対象の緑茶についてもエキスを同様に調製し、測定に供した。

発酵茶の味測定にはインテリジェントセンサーテクノロジー製の味認識装置 TS-5000Z を用いた。酸味、旨味、塩味、苦味、渋味、旨味後味、苦味後味、渋味後味の 8 種の味を測定した。

④ アミノ酸分析

アミノ酸の測定は中村らの報告^[4]に準じて行った。茶葉 100mg を 100ml のメスフラスコにとり、熱湯 70 ml を加えて 80℃ の恒温槽中で 30 分間加温抽出した。室温に冷却後、100ml に定容した。0.45 μm のメンブランフィルターでろ過後、50 μl を全自動アミノ酸分析装置 (日本電子製) に供した。

3. 実験結果

① 発酵茶の腓リパーゼ阻害性

本年度に製造した発酵茶のリパーゼ阻害性を表 1 に示した。発酵茶は 22.3 μg/ml と高い阻害性を有していた。昨年度の発酵茶と比較するとほぼ同等の阻害性を有しており、均一の品質を有する発酵茶が製造出来ることが示された。

表 1 発酵茶のリパーゼ阻害性

	IC ₅₀ (μg/ml)
発酵茶 (20 年製造)	22.3
発酵茶 (19 年製造)	13.6

本プロジェクト研究では、発酵茶が優れた血糖値上昇抑制作用を有することを明らかにしてきた^[5]。その作用機序としては、二糖類分解酵素マルターゼに対する阻害性が特定された。これまでの検討で、4 年間に渡り発酵茶のマルターゼ阻害性を評価してきた結果、活性値 IC₅₀ は 0.05 ~ 0.15 mg/ml と一定の範囲にある^[2]ことを確認した。

本試験においても、腓リパーゼ阻害性は一定の値を示しており、マルターゼ阻害性の結果と合わせて考慮すると、製造時期の発酵茶品質に及ぼす影響はほとんど見受けられないことがわかった。

② カテキン及びテアフラビンの腓リパーゼ阻害性

発酵茶における機能性成分を明らかにすることを目的として、緑茶由来のカテキン、並びにカテキンの酸化生成物であるテアフラビンの腓リパーゼ阻害性を測定した。

表 2 カテキン類のリパーゼ阻害性

	IC ₅₀ (μg/ml)
EGC	1000
EGCg	0.59
EC	187
ECg	5.27

カテキン 4 種の中では、没食子酸を有する EGCg 及び ECg が高い阻害性を有していた。特に、EGCg は 0.59 μg/ml と高活性を示しており、同じガレート体の ECg の 10 倍高いものであった。通常、緑茶には EGCg は 7 ~ 8% 含まれており)、緑茶の有する中性脂肪低下作用^{[6]・[7]}には EGCg が大きく関わっていることが示唆された。

本発酵茶にも EGCg は 1% 程度含有されて^[8]おり、本発酵茶の機能に関与していることが推察された。

さらに、2 分子のカテキンが酸化重合して得られるテアフラビン類については、カテキンと同様にガレート体が強い活性を示し、特に 2 つのガレート基を有する 3, 3'-TF が 0.56 μg/ml と優れた阻害性を有していた。

表 3 テアフラビン類のリパーゼ阻害性

	IC ₅₀ (μg/ml)
TF	1908
3-TF	26.5
3'-TF	5.00
3, 3'-TF	0.56

3, 3'-TF のリパーゼ阻害性については、中井らが茶ポリフェノールについて検討^[9]した際に報告している。その値は 0.08 μg/ml であり、本検討で得られた活性値とほぼ同等であった。しかしながら、3, 3'-TF の中性脂肪低下作用については未解明である点が多く、検討を続けていく必要がある。

本研究では、テアフラビンのマルターゼ阻害性につ

いて検討を行っており、4種の中でも3-TFが最も強い活性を有することを示した。さらに、3-TFはマルトースを負荷したSDラットに対して低用量(10 mg/kg)で顕著な血糖値上昇抑制作用を示すことをはじめて明らかにした^[10]。

TFの機能性については、これまでに抗酸化性などが報告されているが、脂質代謝改善作用に関してはメカニズムなど不明確な点が多い。今後、TFの健康機能について解明を行っていく予定である。

③ 発酵茶の味について

発酵茶の味測定の結果を表1に示す。酸味、塩味、苦味後味については、測定値が原点(0、酸味;-13、塩味;-6)以下のものであったことから、発酵茶はこれら味を示さないと判断された。

表4 発酵茶の味測定結果

	苦味	渋味	旨味	渋味後味	旨味後味
一番茶	11.1±0.0	18.3±0.0	10.5±0.0	3.1±0.0	1.3±0.0
三番茶	11.0±0.0	18.3±0.1	10.6±0.0	3.4±0.1	1.5±0.0
発酵茶	10.7±0.1	12.3±0.3	9.5±0.0	1.4±0.1	0.8±0.1

苦味先味については、発酵茶(10.7)は一番茶(11.1)及び三番茶(11.0)とほとんど差異が認められなかった。また、旨味並びに旨味後味については、緑茶よりも低い値を示す傾向(旨味:9.5(発酵茶)、10.5(一番茶)、10.6(三番茶);旨味後味:0.8(発酵茶)、1.3(一番茶)、1.5(三番茶))にあった。さらに、渋味と渋味後味については、本発酵茶は緑茶よりも大幅に低い値を示していること(渋味:12.3(発酵茶)、18.3(一番茶)、18.3(三番茶);渋味後味:1.4(発酵茶)、3.1(一番茶)、3.4(三番茶))が明らかになった。

本プロジェクトでは、これまでに専門の研究者による官能検査を実施し、発酵茶は味、香りについて玉緑茶とほぼ同等の評価を得られたこと、爽快で飲みやすく、かつ苦みや渋みが低いことなどを報告している^[1]。

今回、発酵茶の味を明らかにするために用いた味認識装置は、脂質/高分子ブレンド膜を味物質の受容選択性部分とし、この複数の脂質膜からなる電位出力応

答パターンから味を数値化する装置である。これまでに本装置を用いて、焼酎^[11]、日本酒^[12]、醤油^[13]などの食品の味識別が報告されている。

今回の試験、発酵茶は緑茶と比較して、渋味と苦味が低く、あっさりとした味を有する結果を示した。この結果はこれまでの官能検査結果と完全に一致するものであった。

比較対照として使用した緑茶には、カテキンなどのポリフェノールが豊富に含まれている。特に、夏に収穫される三番茶にはカテキンが高度に含まれていることから、渋みを有している^[14]。また、緑茶カテキンの中で高含量を示すのはエピガロカテキンガレート(EGCg)であり、EGCgは味認識装置の渋味センサーに対して高い応答を示すことも明らかになっている^[15]。

発酵茶は、原料として緑茶を使用していることからカテキンを含んでいるが、揉捻・酸化発酵工程によりその含量は大幅に減少している。通常、緑茶にはEGCgは7~8%含まれているのに対して、本発酵茶には1%程度の含有量^[8]であった。

従って、今回の試験で見いだされた発酵茶の渋味低下は、主としてカテキン量の減少に起因していることが推察された。

④ 発酵茶のアミノ酸分析結果

発酵茶を味測定に供した結果、旨味が緑茶よりも低い値を示すことが示された。

茶の旨味については、グルタミン酸、アスパラギン酸、テアニンのアミノ酸が関与している。発酵茶の旨味を検討するために、これらアミノ酸の測定を行った。その結果を表5に示す。

表5 発酵茶のアミノ酸分析結果

mg/100 g (茶葉あたり)	グルタミン酸	アスパラギン酸	テアニン
一番茶	333	264	450
三番茶	123	123	58
発酵茶	40.3	19.3	19.4

グルタミン酸、アスパラギン酸、テアニンのアミノ酸が最も多く含まれていたのは一番茶であり、三番茶はその2分の1以下の含量であった。味測定の結果では、旨味に関して一番茶と三番茶の間に大きな差異は認められなかったが、アミノ酸含量は一番茶が明らかに高値を示していた。

発酵茶については、いずれのアミノ酸も一番茶の約10分の1、三番茶の3分の1以下の含量であった。味測定では、発酵茶は緑茶より旨味が低いことが示されたが、今回のアミノ酸分析結果と一致するものであった。

今回の味測定の結果、発酵茶は緑茶よりも渋味及び旨味が低いという結果が得られ、これら2つの味とその呈味成分(カテキン、アミノ酸)の含量との間に関連があることを確認した。

また、発酵茶について、これまでの官能試験で得られた「渋味が低く、あっさりとした」茶であるという結果は、味測定結果と一致しており、味認識装置と呈味成分の分析を同時に行うことにより、食品の味を正確に評価することが可能であることが示された。

4. 考 察

発酵茶の中性脂肪低下作用を明らかにするために、腸リパーゼ阻害性を検討した結果、優れた阻害性を有することが明らかとなった。発酵茶に含まれる成分の中でも、カテキン及びテアフラビンのガラクト体((-)-エピガロカテキンガラクト及びテアフラビン--3,3'-ジガラクト)が強い阻害性を有することが明らかになった。

さらに、長崎県産の未利用資源であるピワ葉と緑茶番茶を原料とした発酵茶の味を解明することを目的として、味認識装置を用いての味測定を実施した。

その結果、発酵茶は旨味並びに旨味後味について緑茶よりも低い値を示していた。さらに、渋味と渋味後味については、緑茶よりも大幅に低い値を示していることが明らかになった。さらに、旨味成分としてアミノ酸、渋味成分としてカテキンの含量を検討した結果、味数値との関連が確認された。

以上の検討により、本発酵茶は渋味の低い、あっさりとした茶であることが実証された。

なお、本発酵茶は商品名「ワンダーリーフ」として、平成21年10月から販売開始された。

本研究は長崎県試験研究機関連携プロジェクトとして、長崎県工業技術センター、長崎県農林技術開発センター茶業研究室(中核機関)、長崎県農林技術開発センター果樹研究部門、九州大学大学院農学研究院、長崎県立大学シーボルト校看護栄養学部、長崎大学大学院医歯薬学総合研究科が参画して研究推進を行った。

参考文献

- [1] 玉屋 圭、前田正道、宮田裕次：長崎県産の未利用資源を活用した機能性茶葉の開発、日本食品科学工学会第51回大会、47(2004)
- [2] 玉屋 圭、前田正道、宮田裕次ら：特願2005-002583(2004)
- [3] L.-K. Han, Y. Kimura, M. Kawashima, T. Takaku: *Int J. Obes.*, 25, 1459(2001)
- [4] 中村ら：茶業研究報告、49(1990)
- [5] K. Tamaya, T. Matsui, A. Toshima, M. Noguchi, Ju Qiu, Y. Miyata, T. Tanaka, K. Tanaka: *J. Sci. Food Agric.*, 90(5), 779-783(2010)
- [6] Y. Yamaguchi, M. Hayashi, H. Yamazoe, M. Kunitomo: *Proc. Intern. Sympo. Tea Science (ISTS)*, Shizuoka, 322(1991)
- [7] K. Nakagawa, M. Ninomiya, T. Okuda, N. Aoi, L.R. Juneja, M. Kim, K. Yamanaka, T. Miyazawa: *J. Agric. Food Chem.*, 47, 3967(1999)
- [8] 玉屋 圭、前田正道、宮田裕次、田中一成、西園祥子、松井利郎、中島則房：未利用資源を活用した機能性茶葉の開発、日本食品科学工学会第54回大会、65(2005)
- [9] M. Nakai, Y. Fujii, S. Asami, Y. Toyoda-Ono, T. Iwashita, H. Shiba, Y. Kiso: *J. Agric. Food Chem.*, 53, 4593-4598(2005)
- [10] A. Toshima, T. Matsui, K. Tamaya, M. Noguchi, Ju Qiu, Y. Miyata, T. Tanaka, K. Tanaka: *J. Sci. Food Agric.*, 90(9), 1545-1550(2010)
- [11] 中原徳昭、境田博至、甲斐孝憲、榊原陽一、西山和夫、福田亘博、水光正仁：味覚センサを用いた本格焼酎の味評価、日本食品科学工学会、145(2005)
- [12] Y. Arikawa, K. Toko, H. Ikezaki, Y. Shinha, T. Ito, I. Oguri, S. Baba: *Sens. Mater.*, 7, 261(1995)
- [13] 飯山悟、池田知弘、都甲潔、八尋美希、マルチチャンネル味覚センサを用いた醤油の味の評価、日本食品科学工学会、615(1997)
- [14] 村松敬一郎、小国伊太郎、伊勢村護、杉山公男、山本(前田)真理、茶の機能、45、学会出版センター(2002)
- [15] N. Hayashi, R. Chen, H. Ikezaki, S. Yamaguchi, D. Maruyama, Y. Yamaguchi, T. Ujihara, K. Kohata: *Biosci. Biotechnol. Biochem.*, 70, 626(2006)

非接触式水分ストレス計の開発

機械システム科 科 長 兵 頭 竜 二
電子情報科 科 長 指 方 顕
電子情報科 主任研究員 田 中 博 樹

生育果実の糖度と水分ストレス（樹体の渇き具合）との間には密接な関係があるため、高品質な果実の生産には水分ストレスを指標とした適切な灌水管理が求められている。このため、水分ストレスによる緑葉の分光特性の変化に着目した水分ストレス計の試作開発を進めている。試作開発する装置は、昼間、太陽光の下で、樹木赤道部（葉の茂った部分）の分光特性を走査して簡便に水分ストレスを推定できる機能とする。

この報告では、主に、離れた対象物の分光特性を走査・取得する実験用の装置を用いて、圃場における測定実験を行った。この結果、測定の高さ位置や測定時刻（太陽角）が異なっても、緑葉分光特性から得られる特徴量であるレッドエッジ波長は安定しており、水分ストレスの推定に影響がないことを確認した。また、取得された緑葉分光特性から推定した水ポテンシャルは、プレッシャチャンバで測定された水ポテンシャルに対して、検量線評価時の残差の標準誤差（SEP）が0.20 MPa、決定係数(r^2)が0.70であり、概ね良好な関係であった。

1. 緒 言

収穫果実の糖度は果実育成期間中の水分ストレスの影響を受けるため、高品質果実の生産では水分ストレスを指標とした適切な灌水管理が求められる^[1]。このため、水分ストレスに起因する緑葉分光特性の変化に着目した^{[2]・[3]}、水分ストレス計の開発を進めている。

緑葉分光特性の変化から水分ストレスを推定する場合、まずは樹木緑葉の分光特性を得ることが必要である。この分光特性の取得には、複数枚の緑葉について測定して平均を求める方法や、樹木全体を一度に測定する方法などが考えられるが、本研究では、測定結果が虫による食害などの緑葉性状に左右されることを避けるため、一度に多数の緑葉を測定し、その結果から平均特性を算出する方法を採用した。具体的には、まず、離れたところから樹木赤道部の分光特性を走査する。この走査で得られる分光特性の並びには、緑葉だけでなく、幹や枝、さらには果実などのものも混在するため、緑葉の分光特性のみを選択抽出して平均化処理する、方法である。

そこでこの報告では、取得された分光特性の並びと、別途計測された単葉の分光特性との比較検証を行い、走査結果から水分ストレス推定に必要な緑葉分光特性のみを効率よく抽出する手法について検討した。そして、その緑葉分光特性と水分ストレスの物理的指標である水ポテンシャルとを比較評価することで、樹木赤道部の分光特性による水分ストレスの推定を試みた。

2. 実験方法

評価のためのデータ収集は、試作した分光特性計測装置を使用して、長崎県農林技術開発センター果樹研究部門の試験圃場で実施した。試験に用いた品種は原口早生である。

2.1 分光特性計測装置

実験に用いた計測装置^[4]の構成概要を図1に示す。

この装置は、同時に作動する2つの分光器を内部に持つ。分光器#1には、回転ステージ上に組み込まれた放物面鏡などからなる光学系が取り付けられており、放物面鏡が向いた方向からの光束を捉える仕組みとなっている。この仕組みにより、樹木表面からの散乱光が捉えられる。

分光器#2は太陽光をモニタする構成となっており、分光器#1の測定結果に含まれる太陽光の変動を取り除くのに使用される。

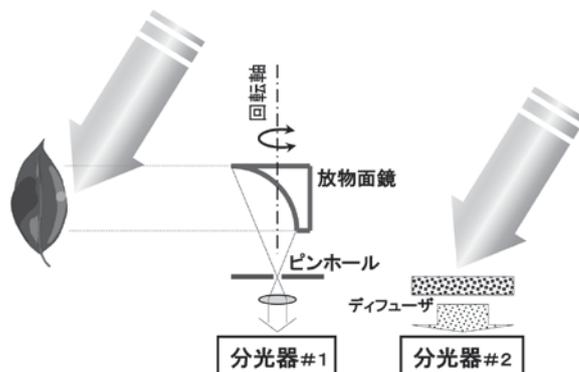


図1 分光特性計測装置の構成概要

2.2 圃場実験

比較対象となる樹木緑葉の水ポテンシャルは、長崎県農林技術開発センター果樹研究部門によって、平成22年7月中旬から11月初旬までの間、10日間隔を目安に、夜間、プレッシャチャンバ装置を用いて測定された。またその時、水ポテンシャルの測定に供したサンプル葉の分光特性も計測した。

分光特性計測装置による走査実験は、夜間測定の前夜の昼間、晴れの日を選んで実施した。その月日は7/22、8/3、8/19、9/2、9/24、11/1であった。計測装置は対象樹木の表面から約2m、地表高約1mの位置に太陽を背に配置し(図2)、その走査範囲は装置正面を基準に $\pm 15^\circ$ あるいは $\pm 20^\circ$ とした。



図2 圃場での走査実験の様子

2.3 緑葉分光特性の解析処理

走査実験で得られる分光特性の並びは、対象物の明るさにより、その特性が変化する。従って、後の解析処理を簡単にするため、まず近赤外部分(775nm～800nm)の反射率の平均値が80%になるよう、全波長域に定数を乗じて値を調節した。そして、並びに含まれる一つひとつの分光特性を確認し、緑葉分光特性の特徴を持つもののみを選択抽出して平均化した。これを樹木全体の平均の緑葉分光特性と考え、別途計測した単葉の分光特性との比較や、レッドエッジ波長の評価などを実施した。

2.4 走査条件による分光特性特徴量の揺らぎ

離れたところから分光特性を走査する場合、その走査対象位置や走査する時の太陽角が、取得される分光特性に影響を及ぼすことが想定される。

このため、基準高さとした地表高1mに $\pm 2.5\text{cm}$ 、 $\pm 5\text{cm}$ した高さ位置の分光特性も走査した。また、

太陽角の影響を見るため、13時頃から16時頃の間複数回、走査実験を行なった。そして、これらの走査実験において分光特性やレッドエッジ波長がどの程度変化するかを確認した。

2.5 緑葉分光特性と水ポテンシャルとの関係

緑葉分光特性と水ポテンシャルとの解析処理には重回帰分析を用いた。なお、効果的な説明変数を選択するアルゴリズムには逐次法を使用した。

また、重回帰分析で得られた検量線の検定には、交差確認法の一つである LOO 法 (leave one out 法) を用いた。

3. 結果と考察

3.1 分光特性の並び

図3は右手前に向かう軸を走査角度に対応する刻み位置、右奥に向かう軸を光の波長、上向きの軸を相対反射率として、得られた分光特性の並びの一例を示したものである。なお、ここで示した並びは、近赤外部分の反射率の平均値を80%に規格化する前のものである。

この図によれば、取得された分光反射特性の殆どが、クロロフィルの吸収域(645nm～665nm付近)に極小部、緑色の波長域に小さな極大部と近赤外域に大きな極大部を持つことなど、緑葉分光特性の基本的な特徴を備えている。しかし一部の特性においては、クロロフィルの吸収域に極小値が見られないものなどがある。従って、これらの特徴を評価すれば、緑葉かそうでないかの判別が可能となる。

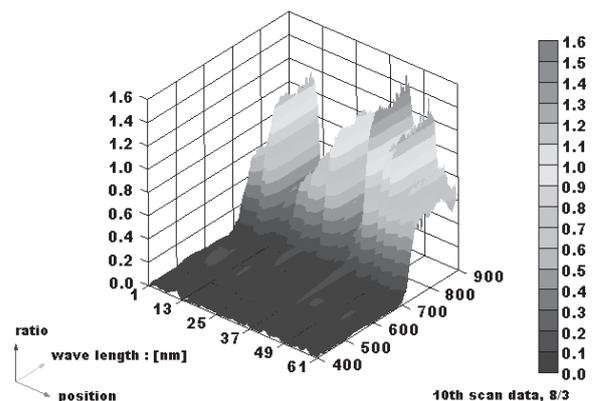


図3 分光特性並びの取得例

3.2 緑葉分光特性

図4は得られた分光特性の並びの評価結果例(非接触式)であり、別途計測した単葉の分光特性(接触式)と併せて示している。なお、この時の単葉の分光特性

は、樹木表面からランダムに選択した10葉の緑葉分光特性を平均化したものである。また非接触式では、取得された101セットの並びから37セットの分光特性が選択抽出され、平均化されている。

この図から、両者の分光特性が良く類似していることが見て取れる。また、この場合のレッドエッジ波長は接触式で 720.83 ± 1.16 [nm]、非接触式で 720.81 ± 1.81 [nm] の結果が得られており、両者の分光特性特徴量も似通っていることが確認できる。

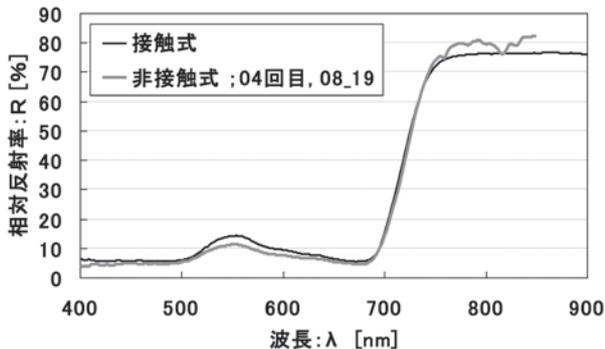


図4 分光特性の取得

図5は同様の実験について行ったレッドエッジ波長の評価結果を示している。

この図から、算出されたレッドエッジ波長にばりはあるが、その平均値は非接触式と接触式とで同様の値を持つことが確認できる。

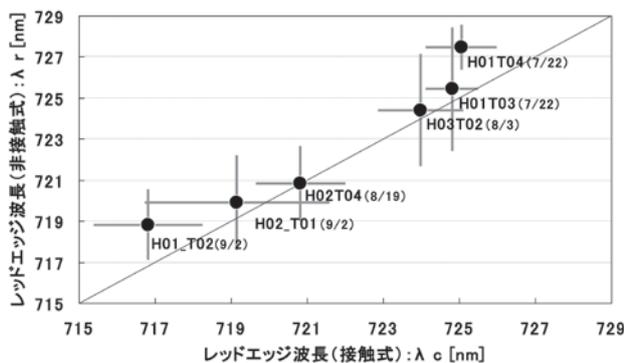


図5 緑葉分光特性の特徴量の対比

3.3 走査条件による分光特性特徴量の揺らぎ

図6は得られた樹木全体の平均の緑葉分光特性から検出したレッドエッジ波長の例を示している。図中、左端のプロットは分光器でランダムに測定した緑葉20枚分の平均特性から求めたものであり、それ以外は走査実験から得られたものである。またこれらのプロットの下方には、基準高さからのズレや測定時刻も

示している。

この図から、測定の高さ位置や測定時刻（太陽角）が異なっても、緑葉分光特性から得られるレッドエッジ波長は大きく異なることが分かる。

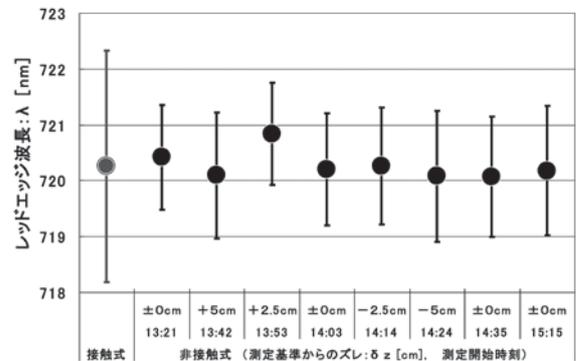


図6 分光特性特徴量 (11/1)

3.4 水分ストレスの推定

重回帰分析を使って作成した検量線を用いて分光特性から推定した水ポテンシャル (Ψ) と、プレッシャチャンバで測定された水ポテンシャル (ψ) との関係を図7に示す。なおこの図では、夜間の水ポテンシャル測定に供したサンプル葉の分光特性を用いたものは灰色、昼間の分光特性の走査実験から得られたものは黒色で表示している。

またこの時、 $SEC = 0.17$ (検量線作成時の標準誤差)、 $SEP = 0.20$ (検量線評価時の残差の標準誤差)、 $r^2 = 0.70$ であり、概ね良好な関係が見て取れる。

なお、図中、8/19の走査実験によるプロットに大きな推定誤差が生じていることが分かる。この時、水分ストレスの影響で乾燥して巻いた状態となっている緑葉が多く見受けられた。このため走査結果に緑葉裏面の分光特性が混入したことなどが、原因の一つであると推察している。

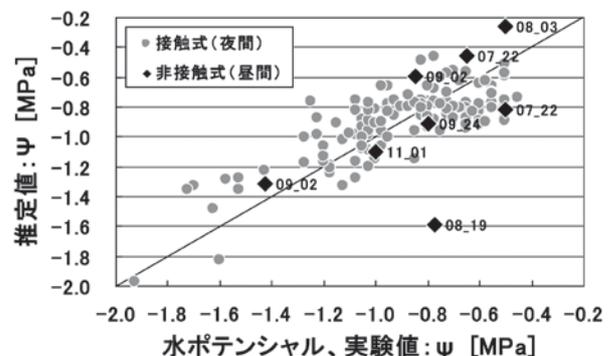


図7 水ポテンシャルの推定

4. 結 言

緑葉分光特性を用いて樹木の状態をセンシングする場合、サンプルとして使用する緑葉の性状などの影響を軽減するためには、サンプル数を増やし、その平均値を用いるなどの手順が必要となる。この目的のために測定サンプル数を簡単に増やす方法として、樹木赤道部と呼ばれる枝葉が最も繁って広がった部分の分光特性を横一直線状に走査する方法を検討した。

この場合、取得された分光特性の並びには、樹木表面に展開する緑葉や果実などのものが混在することとなるので、そこから目的の緑葉分光特性のみを分離抽出して平均化処理を行った。さらに、この特性と、別途計測した単葉毎の分光特性との比較を試みた。この結果、離れたところから樹木赤道部を走査して得られた分光特性は、走査位置の揺らぎや測定時間の影響も少なく、樹木全体の緑葉分光特性として十分に利用できることが確認できた。

また、走査の結果から得られる樹木全体の平均の緑葉分光特性を使って、水分ストレスの推定を試みたところ、水ポテンシャルの推定値と実測値との間に $r^2 = 0.70$ の良好な関係があることを確認した。

これらのことから、樹木赤道部の分光特性を走査することで、簡便に水分ストレスの推定が行えると言える。今後は、より簡易な分光特性計測装置として、片手で持てる程度の小型軽量のものを試作開発し、その計測装置を用いた水分ストレスの推定実験を行うことを計画している。

参考文献

- [1] 野並浩、2001. 植物水分生理学、pp.236 - 257.
- [2] 本郷千春、他、1998. 分光反射率からみた樹木の水分ストレス反応、写真測量とリモートセンシング、37(4), pp.43 - 50.
- [3] 西田顕郎、他、2000. 樹木単葉の分光反射率特性と光合成速度および水分欠乏との関係、日本リモートセンシング学会誌、20(3), pp.6 - 16.
- [4] 兵頭竜二、2010. 樹木水分ストレス推定のための緑葉分光特性計測装置の試作開発、日本写真測量学会平成 22 年度年次学術講演会発表論文集、pp.3 - 4.

複合センサを用いた遠隔監視装置の開発

機械システム科 主任研究員 田口 喜 祥

機械装置、移動ロボット、農業用ロボット等の動作異常を離れた場所で把握したいという要望がある。このような要望に対してTVカメラにより取得した画像や振動などを計測することで異常判別を行っていた。しかし、画像や振動を個別に計測したのでは判別できない場合があった。一方、人間が機械装置の異常を調べる場合、目視による観測と同時に、作動音や振動などにも気を配り判断を行っている。そこで本研究では、画像情報と音や振動などを計測可能な複数のセンサ信号の情報を複合して処理することで異常を検出することを特徴とする、遠隔監視装置の開発を行うことを目的とする。平成22年度は、遠隔監視装置の基本部分となる画像を用いた異常検出プログラムの開発を行ったので報告する。

1. 緒 言

天井クレーン、移動ロボット、農業用ロボットなど直接人間が監視することが難しい機械装置が正常に動作しているかを把握したいという要望がある。このような要望を実現する手段としてカメラによる映像を用いる手法や特定のセンサにより監視する方法が考えられる。しかし、映像情報のみでは判別できない異常やセンサのみでは感知できない場合は対応できないという問題点がある。一方、人間が機械装置の異常を調べる場合、目視による観察と同時に、機械の作動音や振動などを観察して正常に動いていることを判断している。そこで、本研究では画像情報と同時に複数のセンサ信号からの情報を取得し、FA用コンピュータにより統合して処理を行うことで異常を検出し、無線LANや携帯電話などにより通知を行う遠隔監視装置の開発することを目的とする。

平成22年度は、複合センサを用いた遠隔監視装置の基本となる画像を用いた異常検出プログラムを試作したので報告する。

画像情報は安価なウェブカメラで取得し、センサ情報はワンチップコンピュータなどで構成された信号処理回路で前処理を行った後、FA用コンピュータへ送られる。FA用コンピュータではウェブカメラから得られた映像と信号処理回路から得られたセンサ情報を統合して処理することで異常を検出し、無線LANや携帯電話などの無線媒体による通信手段を用いて警報信号を遠隔地に送信する。このような構成の監視装置を開発するにあたり、大津により開発された高次局所自己相関特徴 (High order local autocorrelation、以下HLACと記す)^[1]を用いて画像から特徴点を抽出し、HLACの特徴ベクトルとセンサ信号から得られる複数の信号ベクトルを統計的に処理することで、異常検出を行う。本年度は、処理プログラムの基本部となるHLACを求めて統計処理を行った。二値画像に対するHLACは図2に示す25個の画像マスクを用いて25次元の特徴ベクトルを抽出することで取得する。25次元のベクトルを取得後、統計的手法により判別関数^[2]を導出して異常を検出するプログラムを試作した。

2. システム構成

開発する遠隔監視装置のシステム構成図を図1に示す。

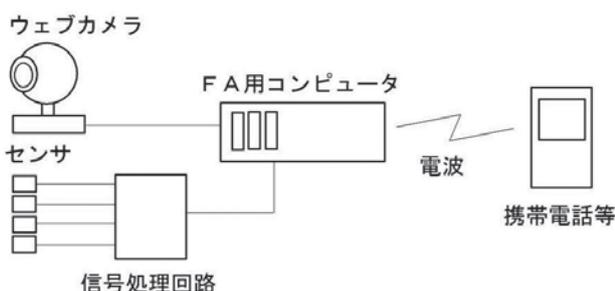


図1 遠隔監視装置のシステム構成

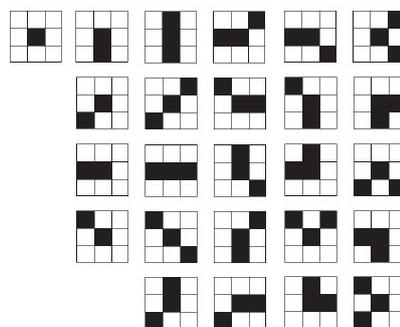


図2 二値化画像に対するマスクパターン

3. 実験

試作したプログラムの有効性を確認するための評価実験を行った。人間でも判別が難しいと言われるヒラメ稚魚の形態異常検出を試みた。画像サンプルとしては、長崎大学水産学部から提供を受けたヒラメ稚魚の静止画像を用いた^[3]。図3にサンプルとして使用した正常な稚魚の写真と異常な稚魚の写真的例を示す。

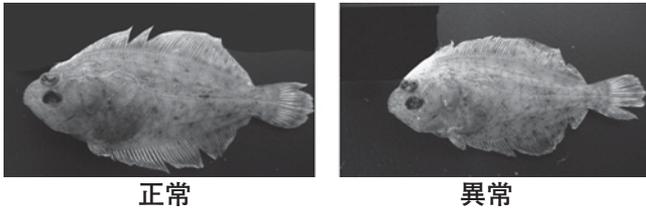


図3 ヒラメ稚魚画像の例

形態が正常であると認識されているヒラメ稚魚画像54枚、形態異常があると認識されているヒラメ稚魚画像36枚、合計90枚の画像を用いて学習を行った。写真データをコンピュータで読込、CANNYフィルタを用いて境界線の抽出を行った後、HLACを用いて特徴量を抽出し、正常ならば正、異常ならば負の値を出力する判別関数を設定して判定を行った。CANNYパラメータと誤判定を行った割合を表1に示す。

表1 CANNYパラメータの影響

CANNYパラメータ	正常を異常と判定した割合[%]	異常を正常と判定した割合[%]
128,128	35.2	16.7
90, 50	24.1	13.9
80, 30	20.4	25.0
100, 10	20.4	19.4
200, 50	20.4	11.1
255, 20	29.6	16.7

この実験結果では、教師データに対して判定を行っているにもかかわらず、約2割は判定間違いとなった。HLACで取得する特徴量は図2に示した3×3ピクセルの画像マスクにより取得するため、今回の実験ではテクスチャデータによる判定のみが実施され、形態情報が十分に反映されていない可能性が考えられる。そこで、画像ピラミッド^[4]の手法を用いて図4に示すように解像度が異なる3枚の画像からHLACを用いてそれぞれ25次元の特徴ベクトルを抽出し、合計75次元のベクトルにより判定を行った。このときの画像の画素数はそれぞれ640×480、320×240、160

×120である。教師画像を用いて画像ピラミッドとHLACを用いた75次元の特徴ベクトルを抽出し判別関数を作成した。その後、作成した判別関数を用いて教師画像を判別した結果を図5に示す。

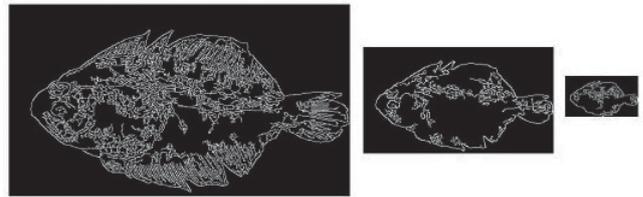


図4 画像ピラミッドでの解析例

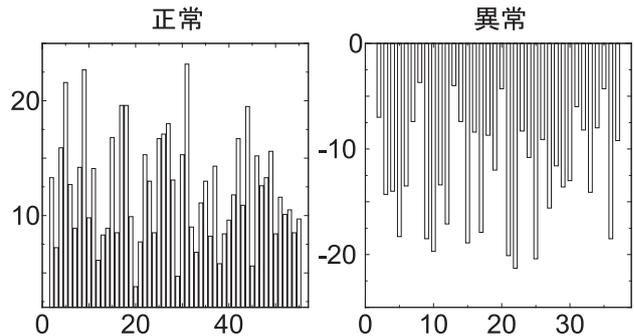


図5 判別関数の出力値

図5に示されるように教師画像に対しては誤判定無く判別が可能であった。

4. 結言

今回、ヒラメ稚魚の画像データを基に形態異常を判別することを試みた。教師画像に対しては100%判別できることを確認したが、現在のところ未知画像に対しては十分な性能が得られていない。これは、正常異常を判別するための特徴が十分取得されていないためだと考えられる。今後は、画像認識部の改良に加えて、センサ信号による異常検出の機能を追加し、複合したセンサ処理を行うことで性能向上を図りたい。

参考文献

- [1] 大津：パターン認識における特徴抽出に関する数理的研究、pp.31-45、1998.
- [2] 田中、垂水、脇本：パソコン統計解析ハンドブック2多変量解析編、共立出版 ISBN4-320-01331-X、1984.
- [3] 管、中川、中川、阪倉、萩原：外観と骨格標本によるヒラメ稚魚の形態異常判別、長崎大学水産学部研究報告第91号、pp.13-16、2010.
- [4] N.Nomoto, .Shinohara, T.Shiraki, T.Kobayashi, NoOtsu: A New Scheme for Image Recognition Using Higher-Order Local Autocorrelation and Factor Analysis, MVA2005 IAPR, pp16-18,2005.

アスパラガス収穫用ロボットハンドメカニズムの高度化

機械システム科 主任研究員 入江直樹
長崎大学大学院生産科学研究科 教授 石松隆和

長崎県は全国第4位のアスパラガス出荷量を誇り、「長崎アスパラ」としてブランド化を推進している。しかし、品質・鮮度を保つため限られた時間の中での作業を強いる収穫作業が重労働となりアスパラガス圃場の規模拡大を阻む要因の一つとなっている。この課題を鑑み、全自動でアスパラガスを収穫するロボットの実用化を目指している。本研究では、アスパラガス収穫用ロボットハンドを高度化することによる収穫作業の効率化、日中用アスパラガス位置検出センサを開発することによる稼働時間の拡大を図った。開発したアスパラガス収穫用ロボットハンドを取り付けたロボットは、アスパラガスを1本当たり約7.4秒で収穫可能であった。また、昼夜を問わず収穫できることを確認した。

1. 緒言

超高齢社会をむかえ、農家の高齢化・女性化による更なる労働力不足が懸念されている中、収穫の高効率化、作業の軽労化・省力化、安全性の確保をはかる手段として農業ロボットの役割は益々大きくなると期待されている^{[1], [2]}。

長崎県においてはアスパラガスの出荷量が全国第4位を誇り、「長崎アスパラ」としてブランド化を推進しているが、品質・鮮度を保つため限られた時間の中での作業を強いる収穫作業が重労働となりアスパラガス圃場の規模拡大を阻む要因の一つとなっている。この課題を鑑み、平成19年度から平成21年度にかけて連携プロジェクト研究：「全自動収穫ロボットシステムの開発」を実施し、アスパラガスを自動で収穫するシステムを構築した^{[3], [4], [5]}。

本研究では本ロボットシステムの実用化を目指し、アスパラガス収穫動作時間を短縮化し収穫作業を効率化するための高速駆動ロボットハンドの開発、ロボットの稼働時間を拡大するために日中においてもアスパラガスの位置と長さを検出可能なセンサ開発を行った。本ロボットシステムを用いて、圃場における収穫実験を行い、その有効性について検証した結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 アスパラガス収穫ロボットの構成

図1に本研究におけるアスパラガス収穫ロボットの構成を示す。アスパラガスを把持切断するエンドエフェクタと垂直スカラ型ロボットアームから構成したロボットハンド、本ロボットハンドの関節(J3)上にレーザレンジファインダを設け、J3の回転運動に

よりアスパラガスをスキャンし、昼夜を問わず位置と長さを検出可能とするアスパラガス位置検出センサ、アスパラガスの畝に沿ったレール上を走行可能とする移動台車から構成している。

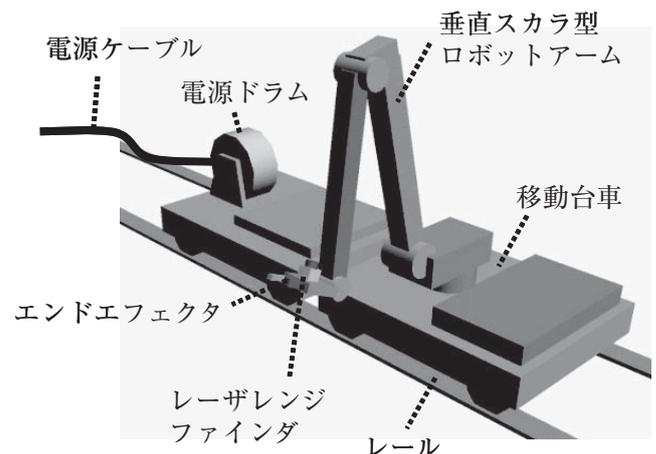


図1 アスパラガス収穫ロボットの構成

2.2 アスパラガス収穫ロボットのシステム構成

図2に本研究におけるアスパラガス収穫ロボットのシステム構成を示す。制御装置はノート型パーソナルコンピュータ(NEC製FC-N22A/CX6WS)を用いた。ノート型パーソナルコンピュータは、移動台車の駆動指令、レーザレンジファインダを用いてアスパラガスをスキャンする際使用するJ3モータの駆動指令、レーザレンジファインダからアスパラガスまでの距離データを用いてアスパラガスの長さや把持切断する位置の算出、ロボットアームの移動位置駆動量の算出及び駆動指令とエンドエフェクタの駆動指令を行う。空気圧駆動を行うエンドエフェクタにおいては、コンプレッサからエアシリンダへのエア供給を電磁弁を用いて制御している。電磁弁の制御はJ2モータのDI

0を介して行った。本ロボットの制御プログラムは、Microsoft 製 VisualStudio2008 を用いて開発を行っている。

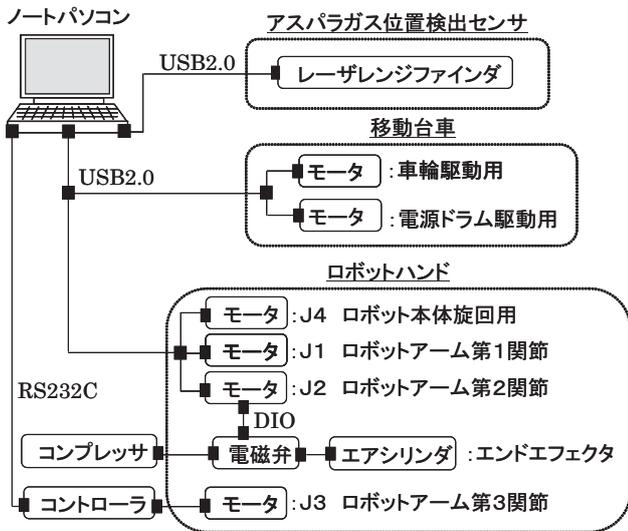


図2 アスパラガス収穫ロボットのシステム構成

2.3 ロボットハンド

2.3.1 垂直スカラ型ロボットアーム

折りたたんだ際の設置スペースが小さく、かつ広い作業範囲をとることができる垂直スカラ型ロボットアームを採用している。本アーム構造の構成を図3に示す。エンドエフェクタの位置決め用に4自由度（J1～J4）使用した。アスパラガスの圃場では重力方向におけるアスパラガスの生え際を揃えるため、畝は通路から300mm上げた高床形式を採用している。通路の中央にロボットを設置し、アスパラガスが生育する  の範囲にエンドエフェクタがアクセスできるように、L1（=444mm）とL2（=378mm）を設計した。最遠点はロボットの回転軸（J4）から約900mmである。3D-CAD（シーメンス製 I-deas）を用いて設計した設計図を図4に示す。先端部を軽量化し慣性モーメントを小さくするため、J2の駆動はモータをアームの基部に位置するJ1モータと並列して設置し、歯付きベルトとプーリを用いてトルク伝達を行っている。J1とJ2は、ブレーキ付きスマートモータ（多摩川精機製）と遊星減速機（アベックスダイナミクス製）を併用した。また、J3はDCモータと遊星減速機（ともに FAULHARBER 製）を使用している。機械部品の材質には、アルミ系材料と樹脂系材料を多用し軽量化を図った。各関節（J1～J3）の構造は、剛性を高めるため両持ち構造とし、ベアリングを介して駆動軸を回転し駆動時における振動の発生を抑えている。部品点数は80点程度であっ

た。試作したロボットハンドを図5に示す。

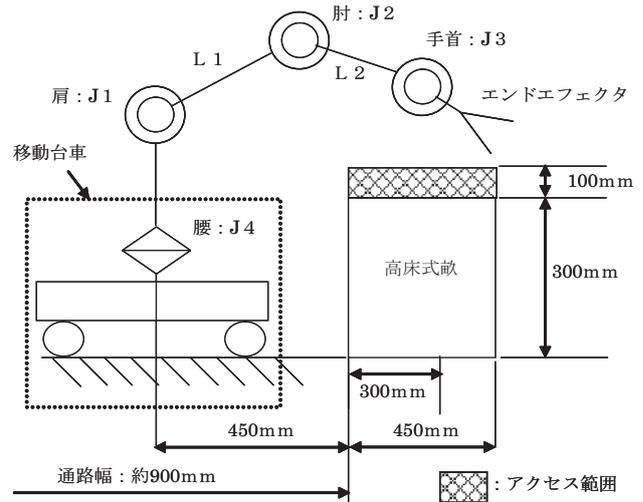


図3 アーム構造の構成

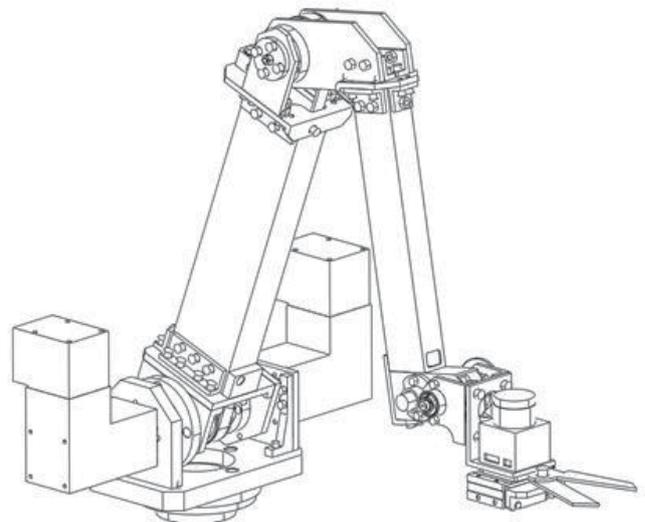


図4 ロボットハンドの設計図

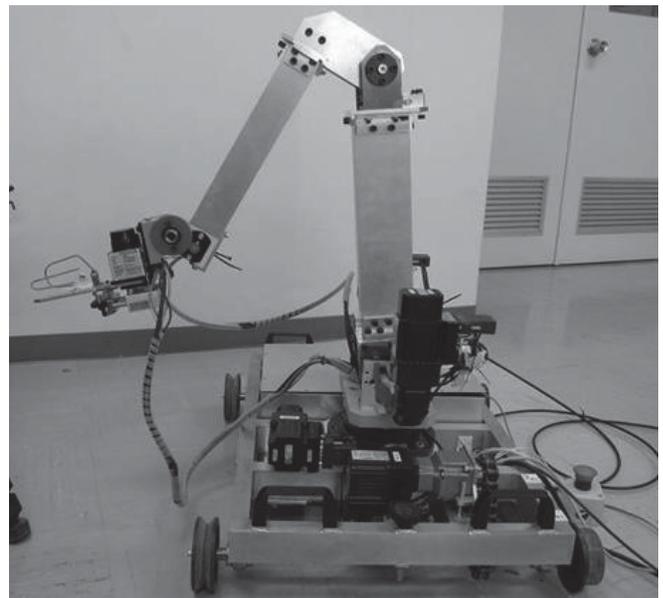


図5 試作したロボットハンドの外観

2.3.2 エンドエフェクタ

2.3.2.1 アスパラガス切断力測定

アスパラガスを把持切断する機能を有するエンドエフェクタに備えるべき切断力を求めるため、アスパラガスの切断力測定を行った。直径6mm～16mm程度の測定用アスパラガスを用意し、合計40本行った。その結果を図6に示す。測定結果の最大値である19Nに対して安全率を1.5とし、約30Nの切断力を発生することができる切刃用駆動機構をエンドエフェクタに設けた。

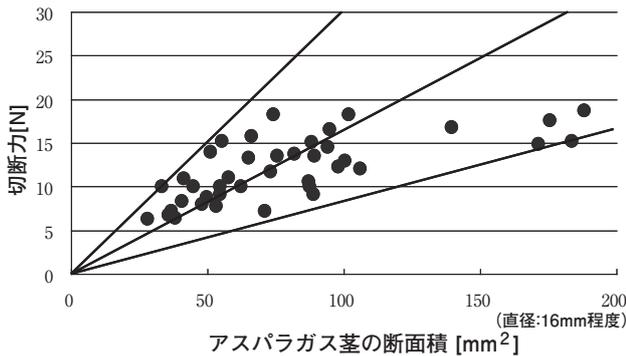


図6 アスパラガス切断力測定結果

2.3.2.2 エンドエフェクタの構造

本研究におけるエンドエフェクタの概略図を図7に示す。2本のフィンガを2枚の切刃上に設置した構造である。直径約1mmの針金を折り曲げて作製したフィンガは弾性体となり、ばね特性を有しているため6mm～35mmにわたる直径のアスパラガスを把持可能である。また、本針金を樹脂系材料により覆っているため、把持時における衝撃によりアスパラガスが損傷する危険性は低い。切刃はエアシリンダの往復直進運動を回転運動に変換し駆動する。図7においてエアシリンダは、電磁弁によるエア供給方向制御により選択方向へリンクバーを直進運動する。A軸にてリンクバーと接合している切刃は、B軸を中心として回転運動し把持切断動作を行う。アスパラガスの把持機構と切断機構を別々に設け、把持した後に切断する動作を行い、把持切断に成功した報告^{[3][4]}があるが、弾性体のフィンガを切刃上に設置した本構造を用いることにより、アスパラガスを把持すると同時に切断することができるため、収穫動作を高速化できる。切刃は腐食防止と軽量化をはかるためセラミック製を使用している。本エンドエフェクタの重量は約600gであった。

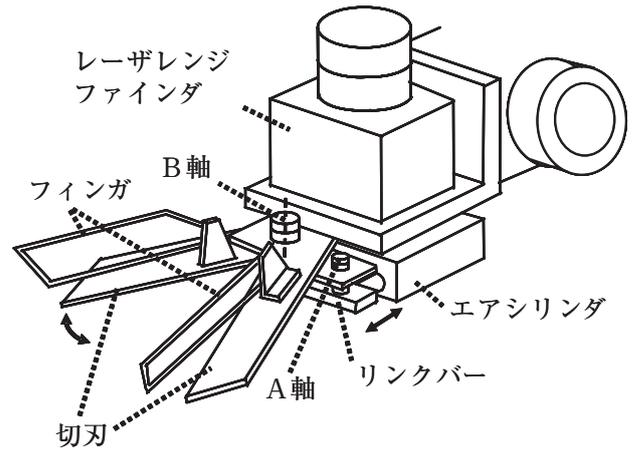


図7 エンドエフェクタ概略図

2.3.3 アスパラガス位置検出センサ

収穫ロボットの対象物認識センサとしてカメラを用いたマシンビジョンが多用されている。カラーカメラを用いてマシンビジョンを構成し、色情報などを活用して瞬時に高密度な3次元データを得ることができる。しかし、マシンビジョンは、特に屋外において太陽光などによる外乱光の影響を多大に受けるため、主に夜間における収穫作業に用いられている。本研究においては、日中においても簡易的に対象物の位置を測定できるレーザーレンジファインダ（北陽電機製URG-04LX）を用いてアスパラガスの認識を行った。認識内容は図8に示すように、ロボットハンドの手首に当たるJ3にレーザーレンジファインダを設け、手首を45度回転し対象のアスパラガスをスキャンする。5度毎にレーザーレンジファインダからアスパラガスまでの距離データを取得し、各距離データの対応付けからアスパラガスの長さを算出する。求めた長さが250mm～350mmの範囲である場合、収穫適期であると判断する^[6]。

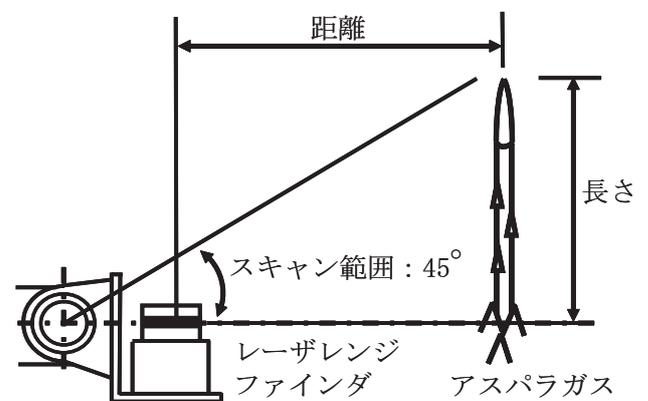


図8 アスパラガス位置検出センサによる測定動作

3. 結果と考察

図9に示すように、アスパラガス収穫ロボット専用の圃場において日中に収穫実験を行った。ロボットは180mm毎に移動し、アスパラガスの長さと位置計測を行い、収穫適期を判断する。250mm～350mm範囲の長さを有するアスパラガス収穫適期と判断し収穫動作を行う。収穫動作の手順は、アスパラガスの位置にロボットアームを伸長し、エンドエフェクタにより把持切断を行う。その後、ロボットアームを短縮、旋回し収穫したアスパラガスをロボットの移動台車上に設けたトレイへ運搬、アスパラガスの穂先を揃えて格納する。アスパラガス1本当当たりの収穫時間とアスパラガス収穫するための各動作に要した時間を測定した。その結果を表1に示す。

本実験結果である7.4秒/本の収穫時間を用いて、180mm毎に収穫可能なアスパラガスが1本あったと仮定すると、12時間20分で人手による1日あたりの収穫量の約3倍にあたる6000本の収穫を可能とする。

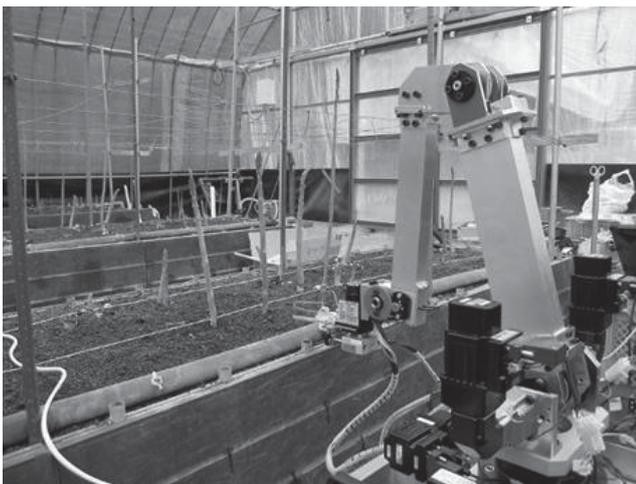


図9 圃場におけるアスパラガス収穫実験

表1 収穫動作の所要時間

収穫動作	所要時間 [秒]
ロボット移動 [180mm]	3.0
アスパラガス認識	2.0
ロボットアーム伸長	0.5
把持切断	0.2
ロボットアーム短縮	0.5
ロボットアーム旋回	0.7
穂先揃え動作	0.3
フィンガ開放	0.2
所要時間の合計	7.4

4. 結 言

本研究の成果について以下に要約する。

1) 日中においてアスパラガスの距離と長さを測定し、収穫適期判断を行うことが可能であった。これを受けて、昼夜を問わずロボットによる収穫作業が可能となりロボットの稼働率が向上した。

2) ロボットハンドメカニズムの高度化により高速な収穫動作を可能とした。アスパラガス1本当当たりの収穫時間を短縮し、ロボットによる収穫作業を効率化した。

今後、ロボットハンドにおける最大駆動トルクを最小化するロボットアーム長の最適化などを実施し、モータの小型化、ロボットハンドのコンパクト化を実施してゆく予定である。

参考文献

- [1] 近藤、門田、野口：農業ロボット（Ⅰ）－基礎と理論－、コロナ社、2004.
- [2] 近藤、門田、野口：農業ロボット（Ⅱ）－機構と実例－、コロナ社、2006.
- [3] 田口喜祥、堀江貴雄、入江直樹、片岡正登、野口浩隆：長崎県工業技術センター研究報告 No.37、pp.8-11、2008.
- [4] 田口喜祥、入江直樹、堀江貴雄、片岡正登、内田善朗、近藤直：長崎県工業技術センター研究報告 No.38、pp.6-9、2009.
- [5] 田口喜祥、入江直樹、堀江貴雄、陣野信博、片岡正登、近藤直：長崎県工業技術センター研究報告 No.39、pp.3-8、2010.
- [6] 田口、酒井：昼夜使用可能なアスパラガス収穫ロボット用センサ装置の開発、JSME、ROBOMEC2011、1A1-A05、2011.

機械加工技術の効率化・高精度化のための研究 —CAD/CAMのポストプロセサの開発—

機械システム科 主任研究員 小 楠 進 一

近年の納期短縮、品質向上の要求に応えるべく、CAM（コンピュータを用いて機械加工を実施する技術）は高度化しており、当センターでは、CAMに関する技術支援を行ってきた。本研究では、さらに実践的な支援を行うために、県内企業の工作機械や独自開発した工作機械を制御するためのNCプログラムを生成する方法を検討した。方法として、マシニングセンタ（機械：Makino BUN2-85、コントローラ：FANUC 15M）とワイヤ放電加工機（機械：Mitsubishi DWC-90H、コントローラ：Mitsubishi W7）を制御するUnigraphics NXのポストプロセサを試作し、このポストプロセサの機能を評価した。この結果、ポストプロセサの開発ノウハウを得て、実践的なCAMの普及が可能となった。

1. 緒言

これまで、機械加工業に対し、当センターでは、Unigraphics NXを用いたCAD/CAMに関する操作技術の支援を行ってきた。

Unigraphics NXの主な用途は、機械部品を製造するためにツールパスを生成することであり、任意の機械にそのままツールパスファイルを送り、切削を開始することはできない。なぜならば、機械の各タイプには、垂直または水平スピンドルがある、複数の軸を同時に移動する間に切削を行えるなど、特有のハードウェア機能および必要条件があるからである。また、各機械はコントローラにより制御されており、コントローラは、ツール動作やその他の動作（クーラントや空気のスイッチの切り替えなど）を制御する。コントローラにも特有のソフトウェアの特性が備わっている。

これらの理由から、ツールパスは、異なる機械とコントローラの組み合わせそれぞれの特有パラメータに適合するように修正されなければならない。この修正をポストプロセスと呼ぶ。ポストプロセスされた結果、NCプログラムが作成される。

- ポストプロセスには、次の2つの要素が不可欠である。
- ・ ツールパスデータ：Unigraphics NXが生成するツールパス。
 - ・ ポストプロセサ：ツールパスデータを読み込み、特定の機械およびそれに伴うコントローラでできるように再フォーマットするプログラム。

本研究では、図1に示すように、当センターの工作機械だけではなく、県内企業の工作機械や独自開発した工作機械^[1]を制御するNCプログラムを生成可能とするため、Unigraphics NXのポストプロセサを開発

する方法を検討・評価した。その結果を報告する。

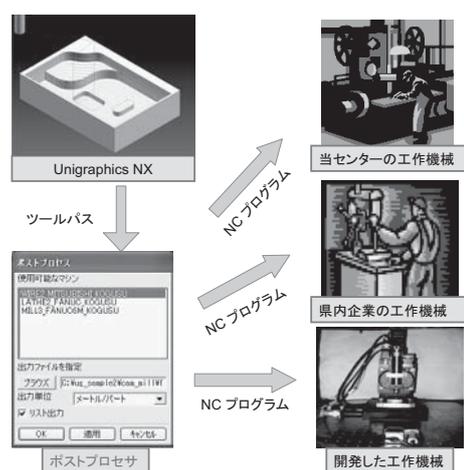


図1 NCプログラム生成の流れ

2. 方法

2.1 ポストプロセサの作成方法

ツールパスデータは、イベントハンドラ(*.tcl)に含まれる指示、および、定義ファイル(*.def)に含まれるフォーマットに従ってポストプロセスされる。

このイベントハンドラと定義ファイルは、TCL^[2] (Tool Command Language)を用いて作成する。TCLとは、カリフォルニア大学バークレー校のJohn K. Ousterhout氏によって開発されたインタプリタ型言語のことである。TCLはパブリックドメインソフトウェアで、現在Unigraphics NXがサポートしている全てのプラットフォームで利用できる。

ここで、イベントハンドラとは、ツールデータを処理する機械とコントローラの各組み合わせに応じた命

令セットであり、各種のイベントに対応する命令セットを含んでいなければならない、これらの命令によって、ツール軌跡データの処理様式と各イベントの機械での実行方法を定義するものである。

また、定義ファイルとは、特定の機械とコントローラの組み合わせに関連した静的情報を含むファイルである。定義ファイルには、機械の一般的な属性、機械によってサポートされるアドレス、各アドレスの属性（フォーマット、最大、最小）が記述される。

2.2 ポストプロセサの評価方法

TCLを用いたポストプロセサの開発方法を評価するために、マシニングセンタ（機械：Makino BUN2-85、コントローラ：FANUC 15M）とワイヤ放電加工機（機械：Mitsubishi DWC-90H、コントローラ：Mitsubishi W7）のポストプロセサを試作し、これら2つのポストプロセサを評価した。

ポストプロセサの評価方法として、モデルと工作物の比較評価、および、工具軌跡以外の機械の動作の評価を行った。

3. 結果

3.1 動作確認の結果

工作機械にて正常に動作したコード、および、この機能を表1、表2に示す。

試作したポストプロセサを用いて、Mコード、Fコード、Sコードを生成し、工作機械を制御することが可能であることを確認できた。

表1 マシニングセンタの正常動作機能

コード	機能
M0	プログラムストップ
M2	プログラムエンド
M3	主軸正転
M5	主軸停止
T1 O8999	自動工具交換
M7	エアブローON
M8	クーラントON
M9	クーラントOFF
F	送り速度
S	主軸回転速度
D	工具オフセット

表2 ワイヤ放電加工機の正常動作機能

コード	機能
M0	プログラムストップ
M2	プログラムエンド
M20	ワイヤ挿入
M21	ワイヤ切断
M80	加工液 ON
M81	加工液 OFF
M82	ワイヤ送り ON
M83	ワイヤ送り OFF
M84	加工電源 ON
M85	加工電源 OFF
M90	最適送り ON
M91	最適送り OFF

3.2 加工実験の結果

CADで作成したモデルと加工後の工作物を図2、図3、図4に示す。

試作したポストプロセサを用いて、ツールパスをGコードに変換し、工作機械を制御することが可能であることを確認できた。

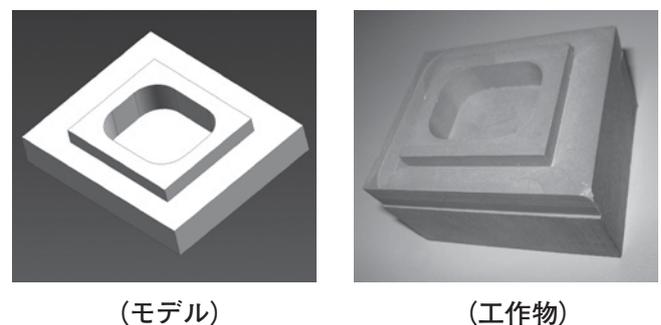


図2 マシニングセンタを用いた等高線加工

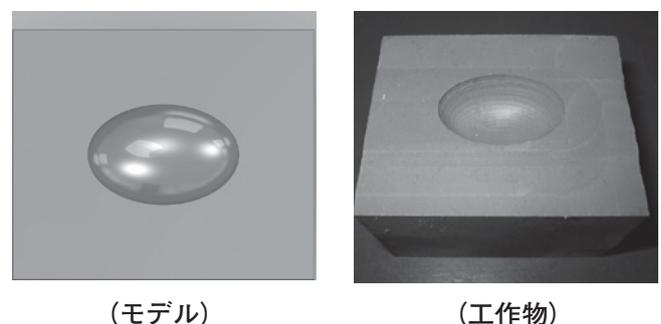
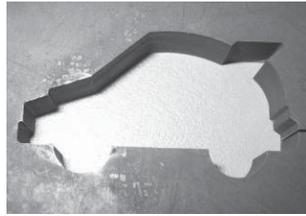


図3 マシニングセンタを用いた曲面加工



(モデル)



(工作物)

図4 ワイヤ放電加工

4. 考 察

以上の結果から、TCL を用いたポストプロセサの開発方法は正しいと結論付けられる。

また、今回の開発で、マシニングセンタとワイヤ放電加工機が以下の特性を持つことが分かった。

①マシニングセンタ

- ・ T 指令は工具が収納されるグリッパ番号の選択だけであり、T 指令とサブプログラム O8999 を指示することにより、工具交換を行うようにする必要がある。また、別途、BUN2-85 に工具交換プログラム O8999 を登録する必要がある。
- ・ 工具長補正と工具半径補正の登録メモリは共用であるため、工具長補正番号と工具径補正番号が同じにならないようにする必要がある。
- ・ NC プログラムは、% で始まり、% で終わらなければならない。また、プログラム番号は O を前置する必要がある。

②ワイヤ放電加工機

- ・ Unigraphics NX では、電気条件 (E 指令) を出力する機能がない。起動時のコメント出力に E 指令 (助走)、加工軌跡開始のコメント出力にドウエルと E 指令 (加工) を設定することで、対応することが可能である。

- ・ ワイヤ挿入 (M20) の直後、加工液 ON、ワイヤ送り ON、加工電源 ON (M80M82M84) が連続して出力されるようにする必要がある。ワイヤ切断 (M21) では、何もしない。
- ・ NC プログラムは、始まりと終わりに % があってはいけない。プログラム番号は L を前置する必要がある。

5. 結 言

この研究により、以下のことが分かった。

- (1) 試作したポストプロセサは正確なタイミングで M コード、F コード、S コードなどを生成することが可能である。
- (2) 試作したポストプロセサを用いて生成した NC プログラムは、工作機械を制御して目標形状を創成することが可能である。
- (3) マシニングセンタ、および、ワイヤ放電加工機のポストプロセサに必要な要件を明確にした。

今後は、CNC 旋盤 (機械: 森精機 SL-20、コントローラ: FUNUC15T) や独自開発した同時 4 軸制御加工機のポストプロセサも開発する予定である。また、要望に応じて、県内企業が保有する工作機械のポストプロセサも開発する予定である。

参考文献

- [1] 宮崎晃、矢澤孝哲、小楠進一、川上雄志、扇谷保彦、小島龍広：エンドミルを用いた卓上高速テクスチャ加工機の試作と形成した機能表面の評価、日本機械学会九州支部長崎講演会講演論文集 No.098-3、pp.113-114 (2009)
- [2] TCL デイベロッパーサイト、<http://www.tcl.tk/>、accessed June 6 2011.

環境変動に対応した移動システムの開発

	電子情報科	主任研究員	堀江 貴雄
	電子情報科	科 長	指方 顕
協和機電工業株式会社	研究開発部門	グループ長	酒井 寿美雄
協和機電工業株式会社	研究開発部門		上田 訓之
マックスコーポレーション株式会社	システム技術開発部		小西 準哉
株式会社九州テン	事業推進課		池田 廣一
	九州工業大学	名誉教授	安部 憲広
	九州工業大学情報工学部機械情報工学科	准教授	田中 和明

無人搬送技術は生産現場を中心に広く普及しているが、これらの多くはレールの敷設など大掛かりなインフラ整備を必要としている。これら従来型の搬送技術は大量生産を目的とする大規模工場で使われてきたが、県内の中小規模工場では多品種少量生産型の事業が多いことから生産ラインが頻繁に変更されるため、導入が困難であった。そこで本研究ではレール敷設など大掛かりなインフラ整備を必要とせず、各種センサを複合的に用いて、周辺の人間を高速に認識し、衝突を回避しつつ移動する自律移動システムを開発する。平成22年度は、平成21年度に試作した小型搬送車要素技術を継承し、①荷物の積み下ろし作業の省力化、②長時間動作への対応、を目指し、小型牽引式搬送台車、充電ステーションを試作した。

1. 緒言

無人搬送車（AGV）は生産現場を中心として広く普及している。一般にレール軌道を敷設し、その上を走行させる方式、ガイド用のマグネットを床面に貼りつけ、センサで読み取り追従させる方式等が広く使われてきた。また適用される現場は主に大量生産を行なう大規模工場であり、専用走行レーンの特定の経路を往復する、または周回することが基本であった。

一方、県内中小工場や倉庫などの現場は多品種少量生産が多く、頻繁に生産ラインレイアウトが変更される。またスペース上の制約から専用の走行レーンを設置することは困難である。

海外の開発例として、2004年から米国国防高等研究計画局（DARPA）による無人自動車レースが開催され、2007年には市街地を模擬したコースを、GPS、レーザーレンジファインダ、ステレオビデオカメラ等のセンサ情報をワークステーションでリアルタイム処理し、信号などの交通法規を遵守し他車両を自律回避しながら走行する移動ロボットが実現されている。日本国内においては、2007年から自律ロボットによる屋外走行競技であるつくばチャレンジが毎年開催されている。この競技ではロボットにGPS、レーザーレンジファインダ、カメラ等の各種センサを搭載し、観客を含めた周辺環境に一切手を加えず自律移動させることを目標としており、実際の公園内道路を自律移動

するなどの成果を挙げている^{[1], [3]}。

そこで本研究ではこれら近年注目されているロボット技術を導入した中小規模工場向け自律移動システムを開発する。工場内での車両位置センサとして、レーザー式ポジショニングセンサ、障害物検出用としてレーザーレンジファインダ、周辺作業者の個別認識にICタグを利用し、これらの情報を複合的に用いることで、目標地点又は作業員へ、途中の障害物を回避しつつ移動するシステムを開発する。

特に平成22年度は平成21年度に試作した小型搬送車のハードウェア、制御プログラム、操作インタフェースを継承した小型牽引式搬送車と、充電ステーション、個別認識システムを試作したので報告する。

2. 平成21年度試作機の課題と対策案

平成21年度に試作した試作1号機を酒造メーカー出荷倉庫で走行実験を行い、ユーザーニーズを調査した結果、いくつかの課題が判明した。主な課題と対策について表1に示す。

課題は主に3つあげられる。第1に現場コンクリート路面が想定以上に凹凸があり、まれに大きなくぼみに駆動輪または自在キャスターがはまり込むと想定以上の負荷がモーターに加わることが判明した。そこで駆動輪径をφ110からφ150に大径化した。

第2に各搬送開始地点から搬送目標地点までの経路

を無人化しても、搬送終点で受取作業者がいなければ、荷物を誰かがおろすまで、搬送車は戻ることができず、したがってその間搬送作業を行うことができない問題がある。そこで荷物をのせた台車を牽引する方式を検討することとした。

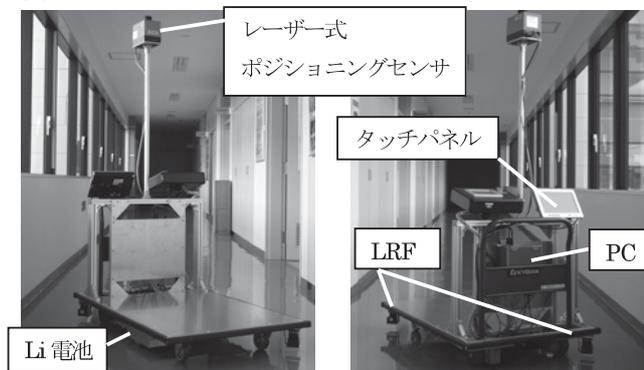


図1 H21 試作機（前） 図2 H21 試作機（後）

第3に長時間運用のニーズがある工場ではバッテリー交換を手動で行うよりも、自動充電を望んでいることが判明した。そこで電池残量が低下した場合には自動的に搬送車がドッキングし充電を行える充電ステーションを試作することとした。

表1 平成21年度試作機の課題と対策案

項目	課題	対策案
路面凹凸への対処	路面凹凸に駆動輪がはまり込む	駆動輪の大径化
積み下ろし作業省力化	荷物の積み下ろし自動化要望	牽引方式の試作
長時間運用	長時間運用時にバッテリー交換が大変	充電ステーションによる自動充電

3. 小型牽引式無人搬送車

試作した小型牽引式無人搬送車を図3、4に示す。また諸元を表2に示す。

基本的な要素部品は平成21年度試作機を継承している。荷台を排除し、障害物検出用のレーザーレンジファインダを前方1基のみとした。レーザーレンジファインダから照射されるレーザーを遮らないよう、車体一部を凹ませる設計としている。後部には牽引フックを取り付けており、平成23年度には自動的に着脱可能な自動牽引フックを搭載できるスペースを確保している。

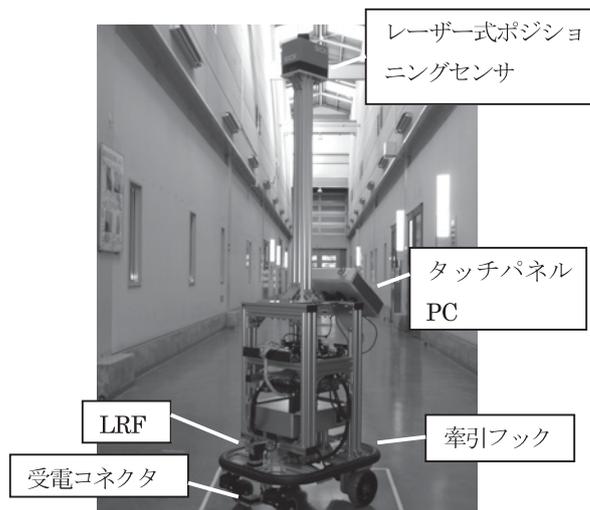


図3 H22 試作機



図4 牽引時の様子

表2 小型牽引式無人搬送車諸元

車両寸法	650(L)×500(W)×1885(H)
牽引重量	200kg
位置センサ	レーザー式ポジショニングセンサ
障害物検出	レーザーレンジファインダ
操作方式	タッチパネル
電源	リチウム電池
充電方式	充電ステーションからの自動充電
駆動方式	AC サーボモータ2軸

4. 充電ステーション

試作した充電ステーションと平成22年度試作機のドッキングの様子を図5に示す。充電ステーション下部には送電プローブが設けられており、このプローブは搬送車の受電コネクタと接続することで搬送車内部バッテリーに充電を行うことが可能である。

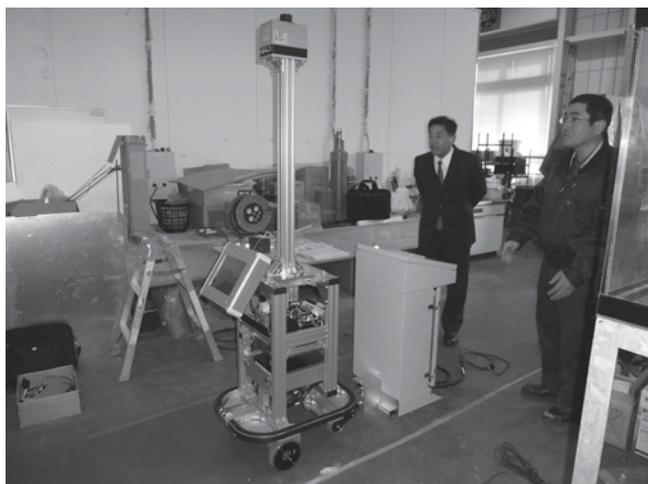


図5 充電ステーションと搬送車のドッキング

搬送車ドッキングの際には、搬送車の位置推定誤差や制御誤差が生じる。そこで送電プローブの基部に垂直方向、横方向および回転方向（yaw）の誤差を吸収可能な機構を実現した。

試作した小型牽引式無人搬送車と充電ステーションを用いて基本動作及び充電制御の検証を行ったところ、所定の性能を満たしていることを確認した。

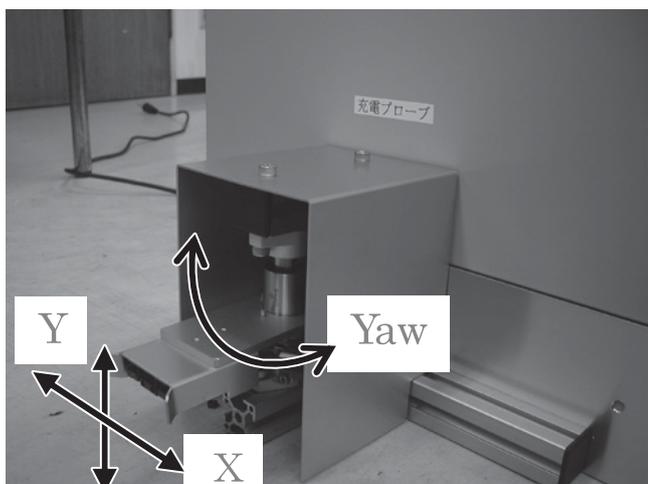


図6 充電ステーション送電プローブ

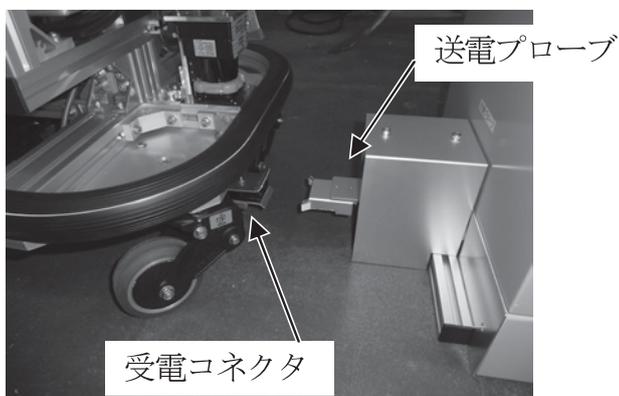


図7 送電プローブと受電コネクタ

表3 充電ステーション諸元

寸法	900×400×400
送電プローブ設置高さ	75mm 以下
誤差吸収量 (X)	±30mm
誤差吸収量 (Y)	±10mm
回転誤差吸収量 (Yaw)	±10 度
電源	AC100V
充電対応電池	専用リチウムポリマー電池
充電時間	120 分未満
保護機能	過充電保護

5. 結言

平成22年度は平成21年度に試作した搬送車をベースとして、小型牽引式搬送車と、長時間運用に対応した充電ステーションを試作した。試作した装置は所定の性能を満たしていることを確認することができた。

今後は個別認識システムを試作し、周辺ユーザーを認識し、特定ユーザーへの自動誘導機能を追加する予定である。また、荷物の自動積み下ろし自動化についても引き続き検討を重ねていく予定である。これらの機能は高機能搬送システムやサービスロボットシステムの基盤技術として今後県内企業と製品化を検討していく。

参考文献

- [1]「つくばチャレンジ」オーガナイズセッションレポート～実環境のチャレンジから見えてきたもの <http://robot.watch.impress.co.jp/cda/news/2008/01/17/859.html>
- [2] 栗田高裕, 安部憲広, 田中和明, “テンプレートマッチングを用いた環境認識による移動ロボットの制御”, 日本ロボット学会学術講演会予稿集, 2N18, 2007
- [3] 坪内孝司, Yoichi MORALES, Alexander CARBALLO, 原祥堯, 油谷篤志, 城吉宏泰, 廣澤敦, 鈴木祐輔, Mehrez KRISTOU, 山口智也, 澤田有希子, 森川直樹, “つくばチャレンジ2008における筑波大学知能ロボット研究室「屋外組」の取組み”, 第9回 SICE システムインテグレーション部門講演会, 114-6, 2008

食品に含まれる微生物の簡易検出装置の開発

電子情報科 主任研究員 田 尻 健 志
食品・環境科 研 究 員 松 本 周 三
徳島大学大学院 教 授 原 口 雅 宣
九州大学大学院 教 授 今 任 稔 彦
(協力機関) 環境保健研究センター

食品の生産から流通、消費にいたる各局面で安全・安心のため微生物検査は重要であり、自社の製品特性に合わせた迅速・簡便で安価な検査方法の導入が必要とされている。本研究では微生物を検出できるプローブの開発及び、高感度・迅速（リアルタイム）に検査できる光学技術を構築することで、培養法を不要とした自主検査用の簡易型検出装置（システム）の開発を進めている。

本報では微生物を迅速・高感度に検出できるプローブ構造を検証し、そのプローブを効率良く励起できる近接場光励起システムを構築したので報告する。

1. 緒 言

食品の微生物検査は、厚生労働省で定める法定検査に加えて自主検査が実施されており、自社の製品特性に合わせた効率良いスクリーニング検査を進める必要がある。また、食品業界にとって食の安全に係る事故は企業理念、コンプライアンスに係ることになるため、衛生管理体制を強化しリスクを防止することは重要になっている。しかし、現在の微生物検査で主として利用される培養法は、食材中や食材表面などの細菌を培養して判定するため、結果が判明するまで最低でも2～10日を要している。また、スクリーニング検査に用いる迅速法も判定精度を上げるために培養法が併用され、精度と迅速性は不十分である。さらに、検査には専門的知識を要す専任の検査員が必要であり、検査の効率化や経費削減を進める企業にとっては、迅速・簡易・安価で正確な検査体制が求められている。

そこで本研究では、微生物を検出できるプローブの開発及び、高感度・迅速（リアルタイム）に検査できる光学技術を構築することで、培養法を不要とした自主検査用の簡易型検出装置（システム）の開発を進めている。プローブで使用する微小球センサーは、入射光を球内で周回させ感度を増強させることが可能であり、従来の技術に比べ検出感度を数10倍以上に増幅することが可能である。このため、微小球表面に局在した高感度の光（近接場光）を利用し、培養前の微生物を検出すれば、数10分から数時間で誰でも簡単に判定することが可能となる。また、マイクロサイズの

微小球センサーを大量生産することで、通常の抗原抗体反応で利用されるプリズムセンサー（表面プラズモン共鳴センサー）よりも一個当たりのコストを下げる事が可能となる。

本報では微生物を迅速・高感度に検出できるプローブの構造を検証し、そのプローブを効率良く励起できる近接場光励起システムを構築したので報告する。

2. 研究内容と結果

2.1 WGモードとプローブ構造の検討

単球と光の相互作用をマクスウェル電磁気学に基づいて理論解析したミー理論（Mie theory）では、ある条件下で球を周回する電磁波モードが発生し、その時には入射光は強く散乱されることが分かっている¹⁾。この周回する電磁波モードはウィスパーリング・ギャラリー・モード（Whispering Gallery Mode、以下WGモード）と呼ばれている。球の光散乱強度はRicatti-bessel関数からなる振幅関数 a_n 、 b_n を用いた散乱断面積の式(1)より、WGモードの励起により増大することが分かる。

$$\text{散乱断面積} = \frac{\lambda^2}{2\pi} \sum_{n=1}^{\infty} (2n+1) (|a_n|^2 + |b_n|^2) \cdots (1)$$

この散乱断面積を利用し、空気中における直径10 μm 、 SiO_2 球（屈折率 $n=1.40$ ）の計算例を図1に示す。

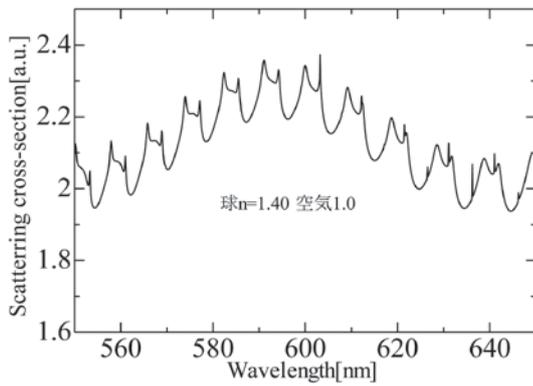


図1 散乱断面積の計算例

図1に示すように、入射光の波長がWGモードの角周波数に近づくと共鳴現象により散乱光ピークが発生していることが分かる。また、球内の電界強度を計算した結果、図2に示すように散乱光ピークには偏光特性があることが分かる。

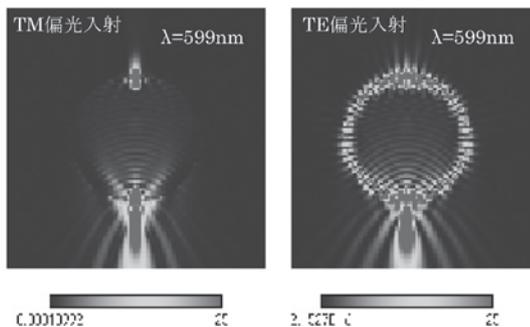


図2 微小球内における電界強度

この共鳴ピークは球の表面状態（屈折率、コート厚み）に強く依存²⁾するために、共鳴ピークのシフトを確認することで、球表面への付着物を高感度に検出することが可能である。次に媒質中における球の屈折率を選定するためWGモードの検証を行なった。図3に示すように、水中（屈折率 $n = 1.33$ ）で散乱光ピークを発生させるには、球の屈折率 n が1.6以上必要になることが分かり、屈折率1.6をもつ材質であるポリスチレン球（以下、PS微小球）を選定することとした。

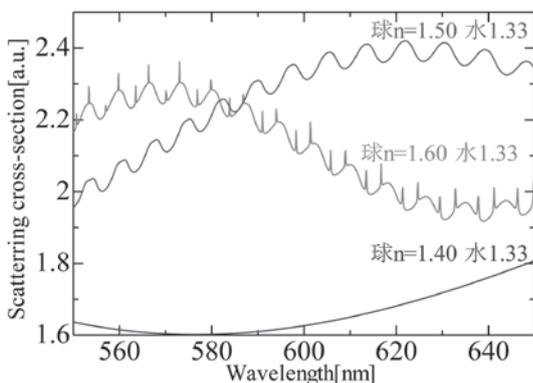


図3 媒質中における散乱断面積

2.2 抗体の固定化および固定化量の評価

微生物の判定をおこなうため、PS微小球の表面上に抗体を固定化し抗原抗体反応を利用する。抗体には食品企業の自主管理で検査頻度の高い大腸菌群に絞り、大腸菌群が産生する分解酵素の β ガラクトシダーゼ (β -Gal) に対する抗体 (anti- β -Gal) を選択した。また、PS微小球の表面は疎水性のため物理吸着法を利用した抗体固定化法が有効であることが分かった。なお、PS微小球への固定化量の評価には図4に示すようにELISA(Enzyme-Linked Immuno Sorbent Assay)を利用し、吸光度測定値からラングミュアプロットをすることで anti- β -Gal の抗体量の評価を実施する。

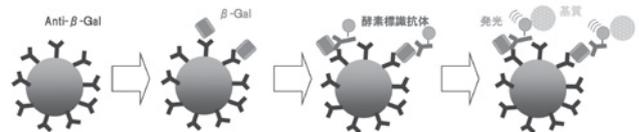


図4 抗体固定化、および評価方法

2.3 近接場光励起システム

PS微小球のWGモードを励起するためには入射光と球表面の角周波数を一致させる必要がある。しかし、表面プラズモンの励起方法と同様に、通常の伝播光では励起ができないため、近接場光による励起が必要となる。そこで本研究では、油浸対物レンズよりカバーガラスに全反射入射させることで、カバーガラス表面近傍に近接場光（エバネセント光）を発生させるPS微小球の励起システムを構築した。図5は実験光路の概略図であるが、励起光 ($\lambda = 532\text{nm}$) のレーザーをレンズで平行光（無限光学系）にし、ピンホールにより倒立型の油浸対物レンズの入射位置を調整している。また、油浸対物レンズを倒立型にするため、顕微鏡のコンデンサー部を改良し、微小球径以下にスポット径を絞ることが可能となった。

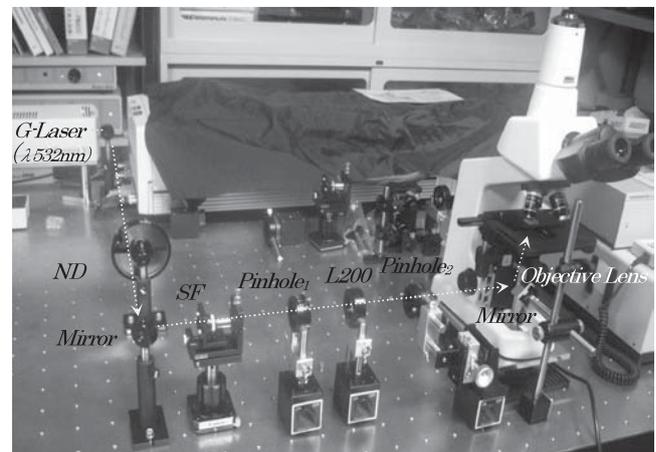


図5 励起システム

図6に倒立型油浸対物レンズの励起方法について示す。

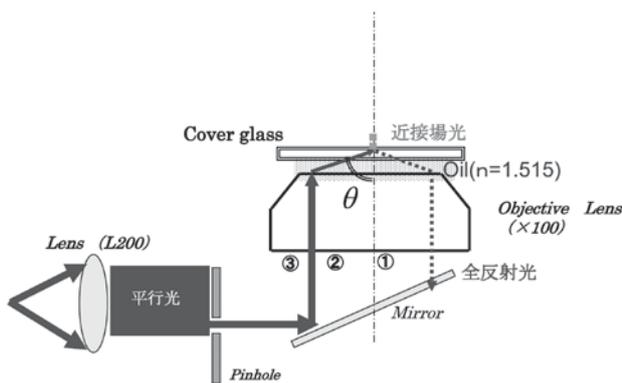


図6 油浸レンズによる励起方法

本励起システムではカバーガラスの屈折率 $n = 1.515$ 、油浸対物レンズの開口数 $NA = 1.25$ を用いるため、(2) 式よりカバーガラスへの入射角度 θ は最大で 56° となる。

$$NA = n \sin \theta \quad \dots (2)$$

カバーガラス ($n = 1.515$) は 42° 以上の入射で全反射するため、油浸対物レンズへの入射位置をピンホールで調整することで全反射光 (エバネセント光) の発生が可能となる。

図7 (a) は図6の油浸対物レンズへの入射光位置を変化させた時の、カバーガラスの透過光を確認した様子である。①の中心部から②の辺縁部方向へ入射光をシフトするにつれ透過光が減少していく様子が確認できる。また、③の辺縁部では透過光がなくなり、図7 (b) のようにカバーガラスからの強い反射光を確認できる。



(a) カバーガラスの透過光



(b) 油浸対物レンズからの反射光

図7 透過光、反射光の様子

図8に反射光強度を計測した結果を示すが、②から③の位置にかけ急激に反射光強度が上昇する全反射光状態となり、近接場光 (エバネセント光) が発生していることを確認できた。

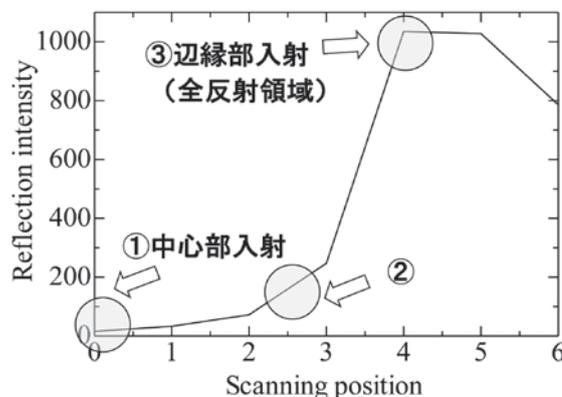


図8 カバーガラスからの反射光強度

3. 考察

PS 微小球の励起システムが構築できたため、油浸対物レンズから絞った光を PS 微小球に照射することで WG モードを励起し、PS 微小球から散乱光ピークを発生できると考える。本実験ではローダミン B 誘電体 ($\lambda_{ex} 569\text{nm} / \lambda_{em} 585\text{nm}$) の蛍光色素で染色された PS 微小球の蛍光を先鋭化した光ファイバーで検出することで、散乱光ピークの検出が可能と考える。また、WG モードのシミュレーションと実測値の散乱光ピークを比較することで anti- β -Gal の固定、および β -Gal との結合が判定できると考える。

4. 結言

微生物 (大腸菌群) を検出するプローブとして PS 微小球を選定し、anti- β -Gal の固定化に物理吸着が有効なことが分かった。また、PS 微小球の励起に油浸対物レンズを利用した近接場光 (エバネセント光) の励起システムを構築することができた。平成 23 年度は、抗体-PS 微小球プローブを作成し、WG モードによる散乱光ピークを検出する予定である。

参考文献

- 1) 福井萬壽夫, 大津元一, 光ナノテクノロジーの基礎, オーム社, (2003)
- 2) M.Haraguchi, F.Komatsu, T.Tajiri et al., Surface Science, Vol.548, No.1-3, pp.59-66, (2004)

金属配線パターン直接描画法の開発 ～低環境負荷なプリント基板用マスクレス金属配線パターン作製技術の開発～

電子情報科 主任研究員 田中博樹

電子機器の高速化、高性能化、開発周期の短期化、低価格化にともなって回路試作の頻度が増え、生産形態も多品種少量生産が増えてきている。このとき、通常のマスキングパターンを用いた手法ではマスクの作製にかかるコストが割高となるため、マスクレスでパターンを形成することが望まれる。また最近では、環境問題への意識が高まっており、製造現場から排出される環境汚染物質の低減が求められている。本研究は、金属部分と樹脂部分から成る加工基材に対して、それぞれに異なるレーザー加工を施し、レーザー加工による基材の変化を利用して、必要な金属配線パターンを、薬液による処理を必要とせずにマスクレスで基板上に形成する技術の開発を目的としている。本年度は、金属部分として厚さ $20 \mu\text{m}$ の銅箔を、樹脂部分として熱硬化性樹脂を選定して、レーザー照射実験を行なった。その結果、金属部分にフルエンス $9\text{J}/\text{cm}^2$ でレーザーを2回照射し、樹脂部分にフルエンス $8\text{J}/\text{cm}^2$ でレーザーを1回照射しとて所望の変化が得られ、線幅 1mm のテストパターンを作製することに成功した。

1. 緒言

近年、電子機器の高速化、高性能化、開発周期の短期化、低価格化にともなって回路試作の頻度が増えている。また、顧客ニーズ多様化への対応のため、多品種を少量生産するケースが増えている。しかし、プリント基板の配線パターン作製において、試作や多品種少量生産のように回路パターンを頻繁に変更する必要がある場合には、通常のマスキングパターンを用いた手法^[1]ではマスクの作製コストが割高となるため、マスクレスでパターンを形成することが望まれる。また最近では、環境問題への意識が高まっており、製造現場から排出される環境汚染物質の低減が求められている。

マスクレスでパターンを形成する手法としては、レーザー露光がある^[2]。この手法では、フォトレジスト（感光性表面保護材）を塗布した金属箔に対して、レーザー光を走査しながら照射することで、任意のパターンを露光する。非常に精密なパターンの形成が可能であるが、露光後は薬液による処理（現像、エッチングなど）が必要である。また、装置のインシャルコストも高い。薬液による処理が不要なものとしては、金属箔をミリングカッターで削る手法がある。この手法の場合、不要な部分を全て削るのは手間がかかるため、通常は配線の縁を削ることで周辺と絶縁させることが多い。しかしながら、周辺部に不要な金属箔が残っていると、配線との間に寄生容量が発生するといった問題がある。また、精密なパターンを形成するには、非常に細かいミリングカッターを使用することになり、破損

を避けるために加工速度が犠牲となることがある。さらに、フレキシブル基板のように柔軟性のあるものに対する加工は難易度が上がる。一方で、装置のインシャルコストは安い。この他にも、金属ペーストを用いてインクジェットによって回路パターンを形成する手法もある。この手法には、銅ペーストの酸化、基板との密着性、導電性、高アスペクト化などの課題があり、盛んに研究開発が進められている。

本研究では、レーザー加工技術を応用して、1) 薬液による処理を必要とせず、2) 様々な基板に適用可能であり、3) 基板に不要な金属箔を残さず、4) 迅速かつ精密に、マスクレスで配線パターンを形成する技術の開発を目的としている。本年度は、適切な加工基材の構成の検討および調製、ならびに簡単なテストパターンの作製を行なったので報告する。

2. 実験方法

2.1 加工基材

まず、レーザー加工の対象となる基材について検討した。金属部分の材質は、配線として最も一般的である銅とした。また、一般的なプリント基板の銅箔の厚みは $9 \mu\text{m}$ 以上あるため、簡便かつ低コストに加工基材を作製するために、圧延銅箔を使用することにした。なお、今回の実験で用いた銅箔の厚みは $20 \pm 2 \mu\text{m}$ であり、特殊な表面処理は施していない。樹脂部分には熱硬化性樹脂を用いることとした。また、パターンを形成する基板には、ガラエポ（ガラス繊維強化エポ

キシ)を用いることにした。

2.2 加工パラメータ

レーザー光の銅箔への吸収は、レーザー光の波長が短いほど高くなるため、短波長レーザーを用いると加工が容易になる。一方で、高出力の短波長レーザーは高コストである。そこで、今回の実験では、近赤外の波長のレーザー加工機(パナソニック電気サンクス製LP-Z250)を用いることにした。同加工機で設定可能な主なパラメータは、平均パワー、パルス周期、パルス幅、集光径、走査速度である。実験では、これらのパラメータを調整しながら、所望の加工状態が得られる条件を探索した。なお、パルス発振のレーザーによる加工の場合、レーザーの照射強度をフルエンスと呼ばれる物理量で表すことが出来る。フルエンスとは、パルス当たりのレーザーエネルギーを照射面積で除したものである。また、パルス当たりのレーザーエネルギーは、平均パワーとパルス周期の積に等しい。

3. 結果と考察

3.1 銅箔の加工

まず、 $20\mu\text{m}$ 厚の銅箔単体へのレーザー照射実験を行ったところ、レーザーフルエンス $21\text{J}/\text{cm}^2$ で銅箔を完全に貫通した。つぎに、同様の条件で、樹脂材とともに設置した銅箔へレーザーを照射したところ、図1に示すとおり、レーザー照射部位の周辺で樹脂材の炭化が発生した。炭化の抑制のためには、不活性ガスによるパー



図1. 加工基材のレーザー照射痕
(フルエンス $21\text{J}/\text{cm}^2$ 、1回照射)

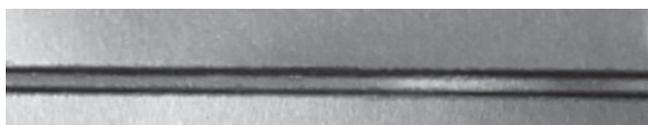


図2. 加工基材のレーザー照射痕
(フルエンス $8\text{J}/\text{cm}^2$ 、2回照射)

ジや加工部位への吹付けが有効と考えられるが、今回は、ガス供給機構を追加して装置を複雑化することなく、レーザー照射条件を工夫することで加工ができないかを検討した。そこで、投入するレーザーエネルギーを減らし、照射回数を増やす方向で検討を行なった。結

果としては、レーザーフルエンスを $8\text{J}/\text{cm}^2$ まで低下させ、2回照射をすることにより、図2に示すように、樹脂の炭化を抑えて加工することが可能となった。ただし、高フルエンスで照射した場合より加工に要する時間が伸びている。したがって、将来的に、加工時間や許容される炭化の程度が問題となった場合には、不活性ガスの供給機構を検討する。

3.2 テストパターン作製

ガラエポ基板上に簡単なテストパターンを作製する実験を行なった。実際に作製したテストパターンを図3に示す。テストパターンは線幅が 1mm で、2箇所 90° 屈曲したものである。同図から、均一な線幅でエッジ部が非常にシャープなパターンが作製できていることがわかる。

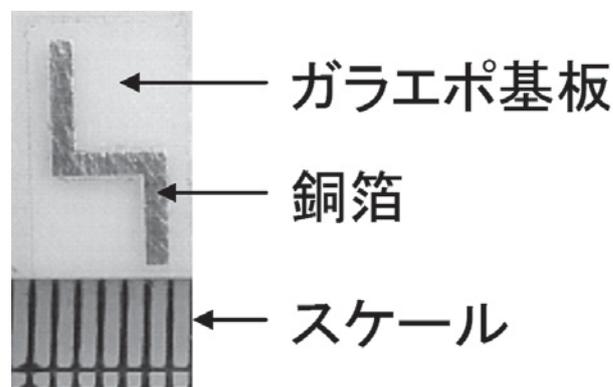


図3. ガラエポ基板上に作製したテストパターン

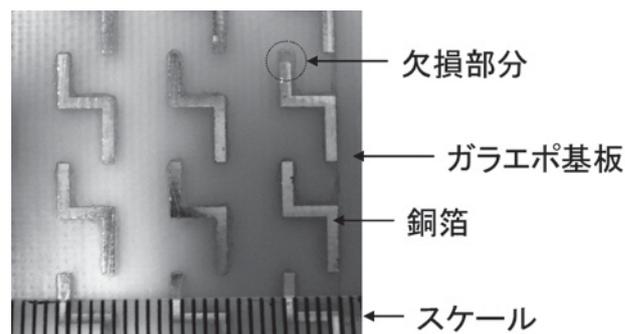


図4. 一部に欠損のあるテストパターン群

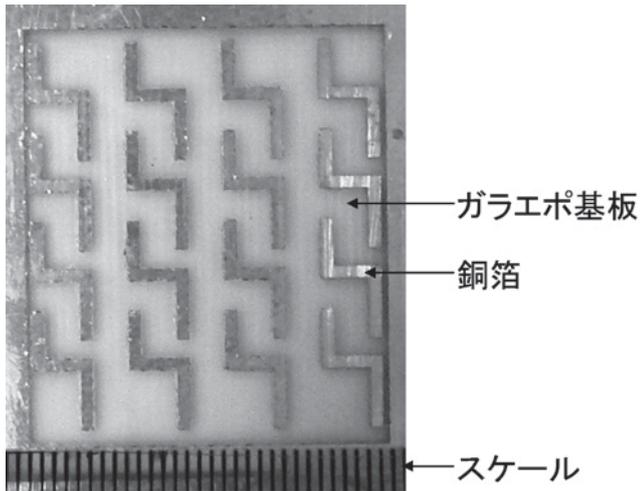


図5. 欠損なく作製された 16 個のテストパターン

つぎに、このパターン形成の再現性を確認するとともに、加工面積をさらに広げた際の課題を抽出することを目的として、複数のパターンを同時に作製する実験を行なった。作製したテストパターン群を図4に示す。図から、一部のパターンには欠損があることがわかる。この欠損がパターンの縁に照射するレーザーのエネルギー不足に起因すると考え、レーザーエネルギーを再調整した。結果として、レーザーフルエンス $9\text{J}/\text{cm}^2$ としたときに、図5に示すとおり、16個のテストパターンを全て欠損なく作製できた。なお、このとき、樹脂部分にはフルエンス $8\text{J}/\text{cm}^2$ でレーザーを1回照射している。

4. 結 言

提案する手法に基づき、レーザー加工条件を探索し、線幅 1mm のテストパターンを複数同時に作製することに成功した。次年度は、まず単純なパターンにおいて線幅の微細化を行う。その後、線幅を維持しつつ、より複雑なパターンの作製を行う。

参考文献

- [1] 英一太：プリント配線板の製造技術，(株)シーエムシー（2001）
- [2] 高木清：よくわかるプリント配線板のできるまで—第2版—（2008）

DLC 膜形成技術開発と精密産業への展開

次長兼応用技術部長 馬場 恒明
ファインコーティング株式会社 代表取締役社長 古田 英司
ダムシュタット工科大学 教授 W. Ensinger

精密機械部品の特性を向上させ、他に対する製品の競争力をつけるには加工技術に加え部材の高機能化が必要であり、これを付与するための部材表面へのダイヤモンドライクカーボン (DLC) 膜を代表とする機能性薄膜形成、表層改質に関する研究開発を行った。DLC 膜の作製法としてプラズマソースイオン注入法、アンバランスドマグネトロンスパッタ法を用い、表層改質法としてラジカル窒化法を用いた。これらの方法を用い、得られた膜質、表層の特性解析を行うことにより処理条件との関係を明らかにした。

1. 緒言

DLC 膜は高硬度、低摩擦係数、化学的に不活性など各種材料の保護膜として優れた特性を有していることから、産業において注目され、また応用化が進みつつある。応用分野は、工具、金型、自動車などの輸送機械、電子デバイス印刷用マスクなど多くの分野であり、今後さらに拡がることが期待されている。本研究では、精密機械部品、精密金型への DLC 膜コーティングによる機能性付与を目的として、要素技術として保有しているプラズマソースイオン注入 (PSII) 法を用いて DLC 膜作製技術を開発した。

なお、本研究は平成 22 年度から平成 24 年度までの 3 ヶ年間の計画で行っており、本報は平成 22 年度の実施研究内容についてまとめたものである。本報では、DLC 膜コーティングに先立つ表面硬化法としてのラジカル窒化に関する特性解析、チューブ内壁への DLC 膜作製、硬質 DLC 膜作製のための高周波グロー放電を併用した DLC 膜作製、銀を添加した DLC 膜作製、アンバランスドマグネトロンスパッタ法とプラズマソースイオン注入 (PSII) 法による DLC 膜作製、ならびに精密金型への DLC 膜コーティングを目的としたトレンチ構造への DLC 膜作製に関する研究結果をまとめた。

2. 実験方法

2.1 ラジカル窒化による表面改質

表面処理に用いた装置は日本電子工業(株)製ラジカル窒化装置 JRN-4040VS である。基板には、鏡面研磨したステンレス鋼 SUS304 および SUS440C を用いた。窒化温度は 300℃ から 500℃ の間で、窒化時間は 6 時間である。窒化にはアンモニアガスおよび水素ガスを用いた。ラジカル生成のために DC グロー放電を用いた。

2.2 管内壁への DLC 膜作製

基板には、内径 4, 5 および 9mm、長さ 100, 150 および 200mm のステンレス鋼を用い、分析用に幅約 1mm のシリコンウエハスリッパを管内部に設置した。炭素イオン注入用のプラズマ源としてメタンガスを用いた。パルス電圧条件は、電圧を -18kV、周波数 100Hz、パルス幅 100 μ s である。

DLC 膜コーティングにはアセチレンガスを用いた。このときのパルス条件は、電圧 -18kV、周波数 100Hz、パルス幅 100 μ s である。

2.3 高周波グロー放電を併用した DLC 膜作製

DLC 膜コーティング時のプラズマ密度を上げることを目的として、パルス電圧を印加する試料ホルダに平行平板対極を設置し、これに 100W の高周波を印加することによりグロー放電プラズマを生成させた。原料ガスにはアセチレンガスを用いた。基板にはシリコンウエハを用いた。

2.4 UBM スパッタ法と PSII 法を複合した成膜法による DLC 膜作製

UBM スパッタによる DLC 膜時に、基板に対し高電圧パルスおよび DC バイアス電圧を印加した。装置の

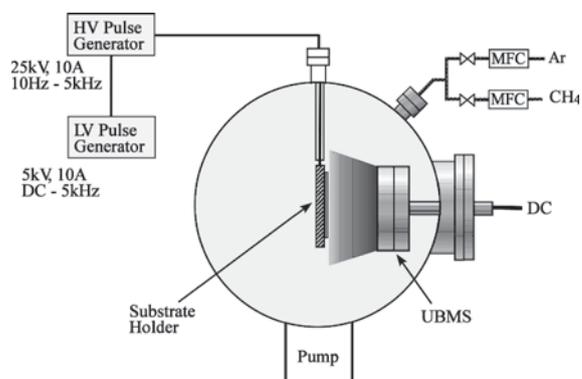


図 1 UBM スパッタと PSII を複合したコーティング装置

概略を図1に示す。UBM スパッターターゲットには直径6インチ、厚さ5mm、純度99.9%のグラファイトを用いた。成膜条件は、アルゴンガス流量を200ccmの一定とし、メタンガス流量を10ccm、スパッタ電力を0.5kWあるいは3kW、基板ホルダに印加するパルス電圧を-15kV、1kHzとした。基板にはシリコンウエハおよび鏡面研磨したSUS304を用いた。

2.5 トレンチ構造へのDLC膜作製

精密金型へのDLC膜コーティングを行うために、種々のアスペクト比を持つマイクロメートルサイズのトレンチ構造をもつシリコンウエハを基板として用い、種々の条件でDLC膜を作製した。原料ガスとしてアセチレンガスを用いた。

2.6 表層分析および特性評価

PSII法により作製した薄膜の表面形態観察には走査型電子顕微鏡(SEM)および原子間力顕微鏡(AFM)を用いた。生成した膜の膜厚測定には断面SEMを用いた。表層の組成および化学結合状態の分析にはオージェ電子分析(AES)、二次イオン質量分析(SIMS)、Mg K α 線を励起源としたX線光電子分析(XPS)およびエネルギー分散型X線分析装置(EDS)を用いた。またDLC膜の構造解析にはラマン分光を用いた。

表層の特性評価として、窒化処理を行った試料の硬度測定には加重25gでピッカース硬度計を用い、DLC膜の硬度測定には最大荷重200 μ Nとしたインデンテーション法を用いた。また、トライボロジー特性を評価するために、直径6mmのWCボールを用い、ボール・オン・ディスク試験機を用いて、荷重2Nでの摩擦係数を測定した。

3. 結果と考察

3.1 ラジカル窒化による表面改質

温度300℃から500℃の範囲で6時間窒化処理を

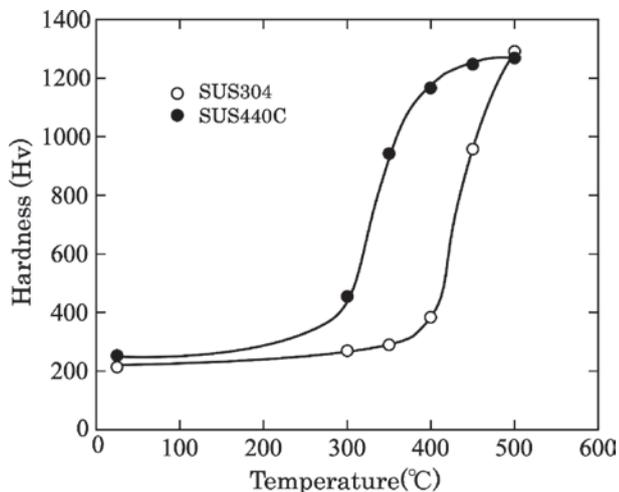


図2 窒化温度と硬度の関係

行ったステンレス鋼SUS304およびSUS440Cの硬度測定結果を図2に示す。何れの試料も温度500℃ではHv1300程度まで増加していることがわかる。処理前の硬度はHv200程度であることから考えると、窒化により約7.5倍に硬度が増加していることがわかる。窒化温度の低下に伴い硬度は低下しているが、鋼種によりその程度が異なり、SUS304では急激に低下し、温度400℃では窒化による硬化は殆ど見られない。一方SUS440Cでは、温度400℃でもHv1200と高い硬度が得られ、温度350℃においてもHv1000の高い硬度が得られている。この違いは、SUS304はオーステナイト結晶構造を有しており、SUS440Cはマルテンサイト結晶構造であること、また、組成の違いを反映していることによる。

温度500℃で窒化処理したSUS440C試料断面の成分観察から、表面から100 μ mの深さまで窒素が存在

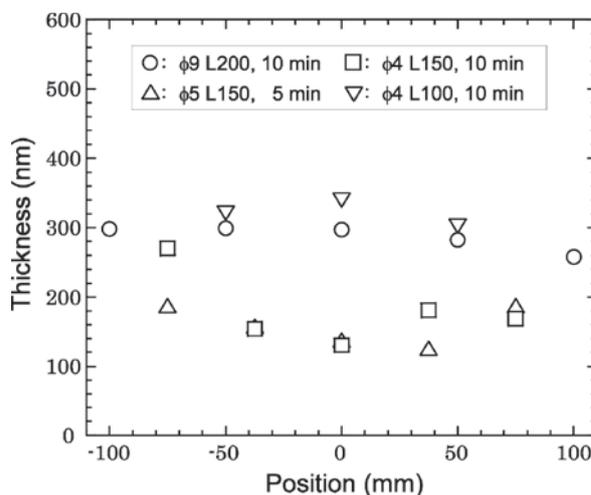


図3 ステンレス鋼細管内に生成したDLC膜の厚さ

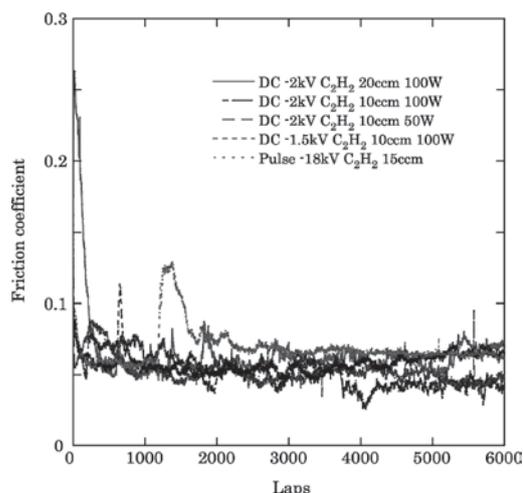


図4 高周波グロー放電を併用したPSII法により作製したDLC膜のボール・オン・ディスク試験結果

していることがわかった。また、窒化処理した試料の XPS 観察から、溶解している窒素は Fe-N 結合状態にあることがわかった。

3.2 管内壁への DLC 膜作製

内径 4, 5 および 9mm のステンレス鋼内にシリコンウエハを設置し、アセチレンガスを原料として細管に高電圧パルスを印加することによるホローカソード放電プラズマを用いて DLC 膜を作製した。膜生成後シリコンウエハの断面を SEM で観察し、膜厚を測定した。この結果を図 3 に示す。細管内の位置による膜厚の違いについては、内径 9mm ではほぼ一定であることがわかる。内径 5 および 4mm では、程度の違いがあるが膜は生成しており、ホローカソード放電を用いることにより細管内壁への DLC 膜生成が可能であることがわかる。

3.3 高周波グロー放電を併用して作製した DLC 膜

基材に印加したバイアス電圧により発生したプラズマを用いて作製した DLC の硬度は 25GPa 程度が高い限界である。プラズマ密度を上げることによる硬度への効果を検討するため、平行平板対極に高周波電力を印加することによるグロー放電を併用した PSII 法を用いて DLC 膜を作製した。

この結果、硬度約 30GPa と高硬度の DLC 膜が得られた。種々の条件で作製した DLC 膜のボール・オン・ディスク試験結果を図 4 に示す。いずれの条件で作製した試料についても摩擦係数は 0.05-0.07 と低い値が得られた。この結果から、高周波グロー放電を併用することにより高硬度の DLC 膜が得られることがわかった。本研究では、基材ホルダサイズは一辺が 200mm であり、これと同じサイズの平行平板を設置

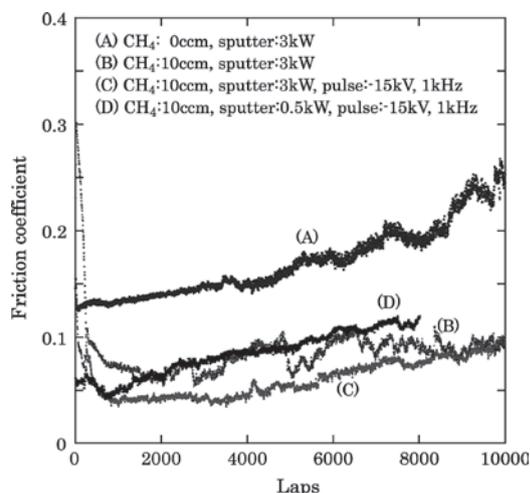


図 5 UBM スパッタと PSII 法を複合した方法により作製した DLC 膜のボール・オン・ディスク試験結果

した。メートルサイズの大面積基材に対しては、対極を同じ面積とすることにより基材上への均一なプラズマの生成が可能である。

3.4 UBM スパッタ法と PSII 法を複合した成膜法により作製した DLC 膜

UBM スパッタ法は、水素を含まない高硬度 DLC 膜作製を可能にする方法であるが、PVD 法であるため基材に対する密着性に乏しく、クロム、チタンなどの金属の中間層が必要である。一方、PSII 法はイオン注入を併用した方法であり、基材に対する密着性に優れている特徴がある。そこで、UBM 法と PSII 法を複合することにより基材に対する密着強度付与および膜質の改質を検討した。

UBM 法のみにより SUS304 基板に作製した DLC 膜は成膜後時間経過とともに自然剥離した。一方、PSII 法を併用した DLC 膜は剥離することなく、機械的特性が優れていた。図 5 にボール・オン・ディスク試験結果を示す。メタンガスを添加せずアルゴンガスのみで作製した DLC 膜は表面粗さが大きく、摩擦係数も通常の DLC 膜の値約 0.1 より大きい。最小の摩擦係数は、メタンガスを添加し、PSII 法によるパルス電圧を基板に印加しながら作製した DLC 膜について得られた。

3.5 トレンチ構造への DLC 膜作製

マイクロメートルサイズのパターンを持つ精密金型への DLC 膜コーティングを行うために、深さ約 10 μm で種々の幅を持つトレンチ構造を作製したシリコンウエハを基板として用い、種々の方法で DLC 膜を作製した。成膜後 DLC 膜の付きまわりを観察するために、シリコンウエハ断面を SEM 観察した。

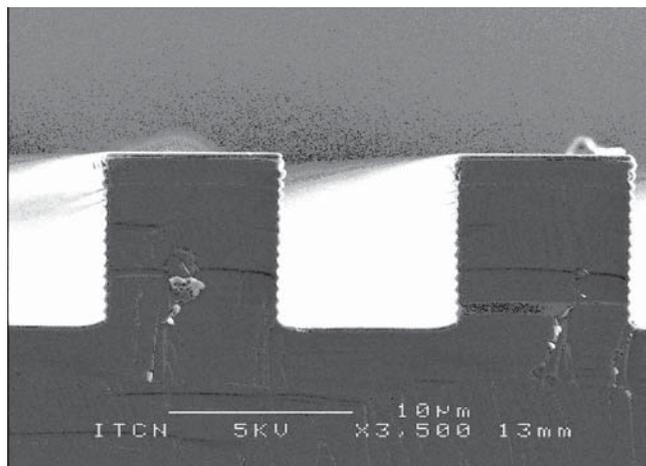


図 6 DLC 膜をコーティングしたシリコンウエハトレンチの断面 SEM 写真

図6に断面SEM写真を示す。DLC膜厚は、トレンチの上部では270nm、底部では160nm、壁面では130nmであり、膜厚分布はあるものの、全面へのコーティングが可能であることがわかる。このDLC膜の付き周り性は成膜条件により変わり、DCバイアス電圧を印加するよりパルス電圧印加のみで作製した方が付き周り性は良くなった。これについては、さらに均一膜厚が得られる条件について検討する必要がある。

4. 結 言

本研究において、精密産業へのDLC膜応用化に関する技術開発を行った。得られた研究結果を以下に要約する。

- (1)温度500℃でのラジカル窒化によりステンレス鋼の硬度がHv1300程度まで増加し、処理温度と硬度の関係が明らかとなった。
- (2)ホローカソード放電を用いることにより、内径9,5および4mmのステンレス鋼内壁へのDLC膜コーティングが可能である。
- (3)高周波グロー放電を併用した成膜法により作製したDLC膜について、硬度約30GPaの高硬度が得られた。これらの膜の摩擦係数は0.05程度と非常に低い。
- (4)UBMスパッタ法とPSII法を複合した成膜法により高密着性のDLC膜が得られた。また、アルゴンガスに加えメタンガスを添加することにより、摩擦係数を0.05程度低くすることができる。
- (5)トレンチ構造を持つシリコンウエハにDLC膜を作製した結果、トレンチの面全面にDLC膜がコーティングできることが明らかになった。

精密機械加工における環境に優しい冷却システムの開発

工業材料科 科 長 瀧内直祐

長崎県内の金属加工業では、環境問題等を考慮した切削油剤を使用しない冷却方法に関する要求が高まっている。材料の高機能化、多様化等により、ステンレス鋼の難削材料に関する切削加工技術の確立が望まれている。しかし、ステンレス鋼の切削加工の問題点として、工具刃先への凝着、ステンレス鋼の表面における加工硬化等が生じやすく、工具刃先の欠損、加工面の粗さ等の問題がある。そこで、環境問題等を考慮した切削油剤を使用しない冷却方法を検討することを目的として、TiAlN コーテッド超硬エンドミル工具（A社製）とステンレス鋼の切削油剤およびミストを用いたステンレス鋼のエンドミル切削加工実験を行い、切削油剤、ミストを用いた時の工具の摩耗状況、加工面（表面）粗さについて比較検討を行った。さらに、TiAlN コーテッド超硬エンドミル工具（B社製）と上記のTiAlN コーテッド超硬エンドミル工具（A社製）の切削油剤およびミストの違いについて比較検討を行った。その結果について報告する。

1. 緒言

長崎県内には、金属加工業の中小企業が多数存在しており、工作機械、切削工具等の進歩により、切削加工技術の高度化が進んでいる。しかし、金属系難削材料は、切削加工に長い時間を要し、工具寿命が短い等、非効率的な加工作業となっている。また、切削油剤の使用による作業環境の悪化、塩素系油剤の焼却時に発生するダイオキシンが問題になっているため、切削油剤の使用量を減らす要望が益々強くなっているのが現状である。そこで、本研究は、環境問題等を考慮した切削油剤を使用しない冷却方法を検討し、切削工具の劣化防止及び適切な加工面粗さを得ることを目的とする。

筆者らは、難削材料の切削加工性の向上を目的として、高クロム鋳鉄、Cr-Ni 耐熱合金(45%Cr30%Ni 合金)、インコネル、チタン合金、ステンレス鋼等における切削加工性について報告^{[1]~[12]}を行った。

TiAlN コーテッド超硬エンドミル工具（A社製）とステンレス鋼の切削油剤およびミストを用いたステンレス鋼のエンドミル切削加工実験を行い、切削油剤、ミストを用いた時の工具の摩耗状況、加工面（表面）粗さについて比較検討を行った。さらに、TiAlN コーテッド超硬エンドミル工具（B社製）と上記のTiAlN コーテッド超硬エンドミル工具（A社製）の切削油剤およびミストの違いについて比較検討を行った。その結果について報告する。

2. 実験方法

実験装置は、前報^[12]と同様に汎用フライス盤（牧

野フライス製 KVJP55）を用いた。被削材は、ステンレス鋼(SUS304)を使用した。エンドミル切削工具は、TiAlN コーテッド超硬エンドミル工具（φ 8mm、4枚刃、ねじれ角 30°、A社製）、TiAlN コーテッド超硬エンドミル工具（φ 8mm、4枚刃、ねじれ角 43°、B社製）を使用した。ステンレス鋼のエンドミル切削加工条件は以下のとおりである。

- ・切削速度 100m/min、
- ・送り速度 0.03mm / 刃
- ・軸方向切り込み量 10mm
- ・半径方向切り込み量 0.5mm
- ・工具突き出し長 27mm
- ・切削加工方法（側面切削、ダウンカット）

切削油剤、ミストの方法でエンドミル切削加工実験を行い、ミスト（切削油）は、ブルーベ切削油（LB-1）、切削油剤は、日石三菱ユニソルブル EM-H（20倍希釈）を使用した。切削工具の摩耗（最大の逃げ面摩耗幅、チップング幅等）については、前報^[12]と同様に、工具顕微鏡（X30）（ニコン製 MM-11B）を用いて、所定加工パス毎の切り刃における最大の逃げ面摩耗幅等を測定した。さらに、加工面における表面粗さは、前報^[12]と同様に、加工面の両端より 20mm の所を、それぞれ A 部、B 部とし、その中心部の切削工具の進行方向を X 方向、切削工具の軸方向を Y 方向として、超精密表面形状粗さ測定機（アメテック製 PGI1200）を用いて測定した。

なお、TiAlN コーテッド超硬エンドミル工具の刃先における逃げ面摩耗幅が 100 μm 以上、工具刃先が欠損した場合、エンドミル切削加工実験を終了した。

3. 結果と考察

3.1 切削油剤、ミストを用いた時の工具刃先の逃げ面摩耗幅、表面粗さ (Ry) と切削距離との関係

図1は、TiAlNコーテッド超硬エンドミル工具(A社製)の切削油剤、ミストを用いた時の工具刃先の逃げ面摩耗幅と切削距離との関係を示す。図中の○印はミスト、△印は切削油剤の結果である。ミストを使用した場合、切削距離 0.5mでチッピング(工具刃先の微少な欠け)が発生した。切削油剤を使用した場合、切削距離2mにおいて、逃げ面摩耗幅が、約90 μm であった。

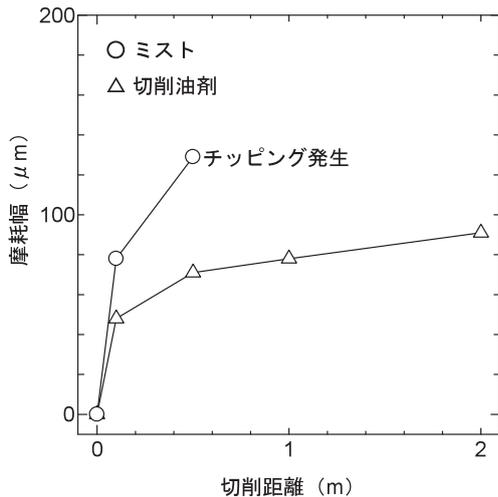


図1 摩耗幅と切削距離との関係

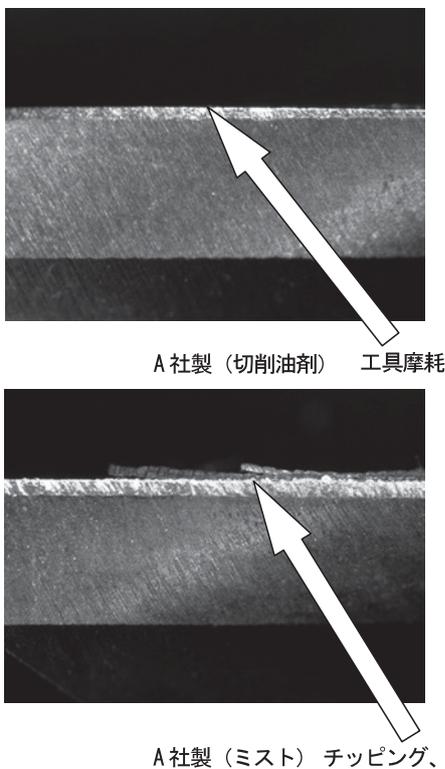


図2 TiAlNコーテッド超硬エンドミル工具(A社製)の切削油剤、ミストにおける工具刃先の摩耗

図2は、切削距離2m、切削速度100m/minにおいて、TiAlNコーテッド超硬エンドミル工具(A社製)の切削油剤、ミストを用いた時の工具刃先の摩耗を示す。図より、ミストによる結果は、切削油剤の結果に比べて、工具摩耗が激しく、チッピング、剥離が生じた結果となった。

3.2 切削油剤、ミストを用いた時の表面粗さ (Ry) と切削距離との関係

図3は、TiAlNコーテッド超硬エンドミル工具(A社製)の切削油剤、ミストを用いた時の表面粗さ (Ry) と切削距離との関係を示す。図中の○印はミスト、△印は切削油剤の結果である。

前報^[12]と同様に、表面粗さ (Ry) の値において、前述のY方向(工具の軸方向)の表面粗さ (Ry) は、工具軌跡の影響のため、X方向(工具の進行方向)の表面粗さ (Ry) に比べて、約2 μm 程度の高い値となった。図中の表面粗さ (Ry) の値は、Y方向(工具の軸方向)の表面粗さ (Ry) の値を示す。図より、表面粗さ (Ry) は、ミストを使用した場合、切削距離が0.5mまでは、約3 μm 程度であった。切削油剤を使用した場合、表面粗さ (Ry) は、約3.5 μm 程度であった。

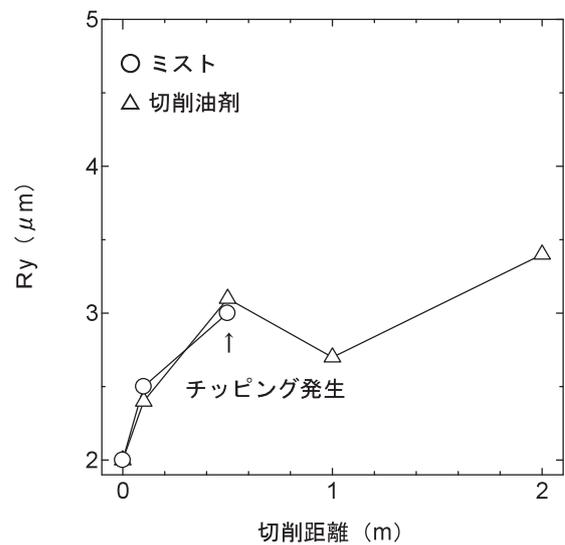


図3 表面粗さ (Ry) と切削距離との関係

3. 3 切削油剤を用いた時の工具刃先の逃げ面摩耗幅、表面粗さ (Ry) と切削距離との関係

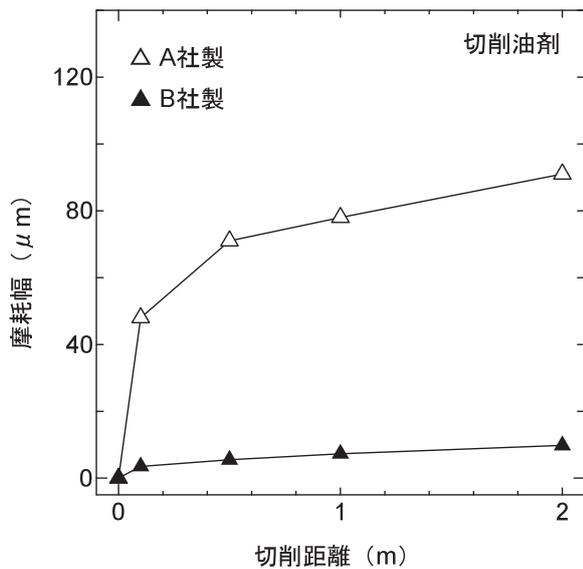


図4 摩耗幅と切削距離との関係

図4は、TiAlNコーテッド超硬エンドミル工具（A社製及びB社製）の切削油剤を用いた時の工具刃先の逃げ面摩耗幅と切削距離との関係を示す。図中の△印はA社製、▲印はB社製の結果である。切削油剤を使用した場合、切削距離2mにおいて、B社製の逃げ面摩耗幅が約10μmに対して、A社製の逃げ面摩耗幅は約90μmとなり、工具摩耗が激しい結果となった。

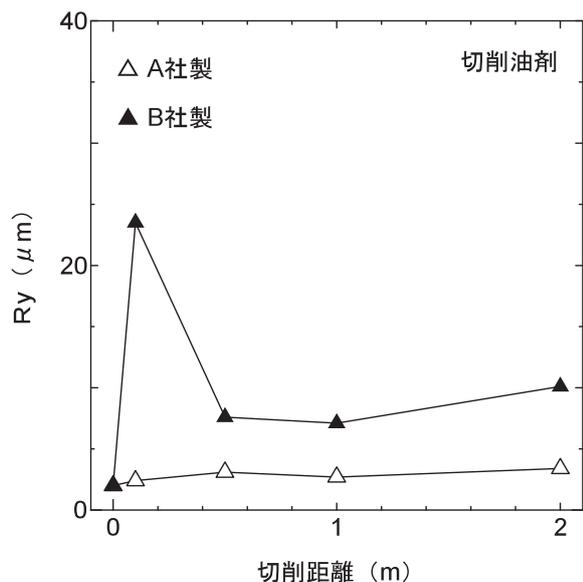


図5 表面粗さ (Ry) と切削距離との関係

図5は、TiAlNコーテッド超硬エンドミル工具（A社製及びB社製）の切削油剤を用いた時の表面粗さ (Ry) と切削距離との関係を示す。図中の△印はA社製、▲印はB社製の結果である。なお、表面粗さ (Ry) は、前述の結果と同様に、Y方向（工具の軸方向）の表面粗さ (Ry) の値を示す。切削油剤を使用した場合、切削距離2mにおいて、B社製の表面粗さ (Ry) は約10μmに対して、A社製の表面粗さ (Ry) は約3μmとなり、良好な表面粗さの結果となった。

3. 4 ミストを用いた時の工具刃先の逃げ面摩耗幅、表面粗さ (Ry) と切削距離との関係

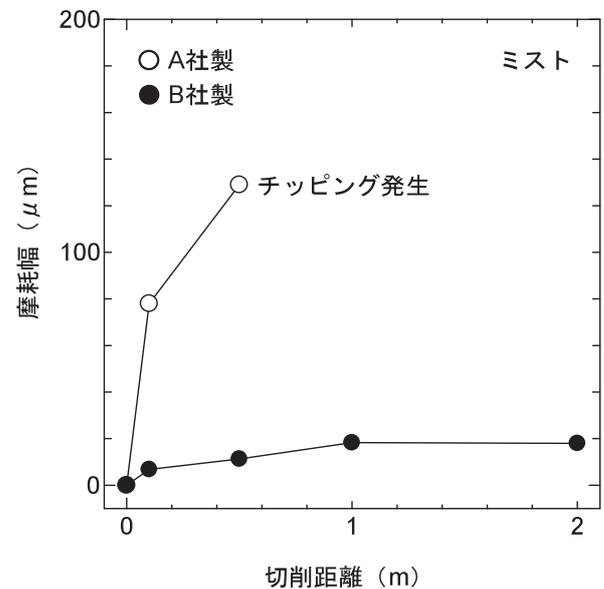


図6 摩耗幅と切削距離との関係

図6は、TiAlNコーテッド超硬エンドミル工具（A社製及びB社製）のミストを用いた時の工具刃先の逃げ面摩耗幅と切削距離との関係を示す。図中の○印はA社製、●印はB社製の結果である。図より、ミストを使用した場合、切削距離2mにおいて、B社製の逃げ面摩耗幅が約20μmに対して、A社製の逃げ面摩耗幅は切削距離が0.5mでチッピング等が発生し、工具摩耗が著しく大きい結果となった。

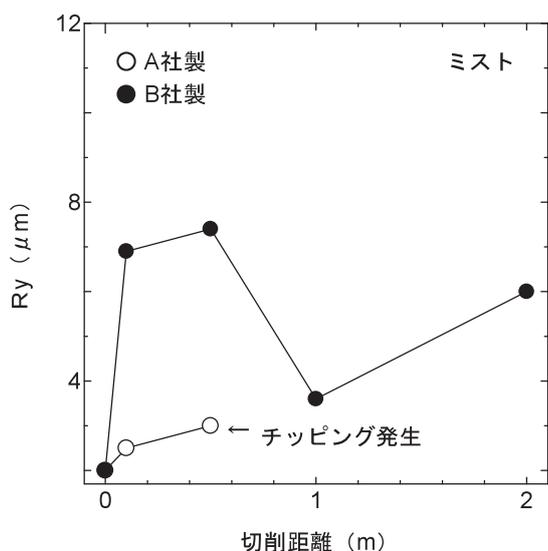


図7 表面粗さ (Ry) と切削距離との関係

図7は、TiAlNコーテッド超硬エンドミル工具（A社製及びB社製）のミストを用いた時の表面粗さ（Ry）と切削距離との関係を示す。図中の○印はA社製、●印はB社製の結果である。なお、表面粗さ（Ry）は、前述の結果と同様に、Y方向（工具の軸方向）の表面粗さ（Ry）の値を示す。ミストを使用した場合、切削距離2mにおいて、B社製の表面粗さ（Ry）は約6μmであった。切削距離0.5mの場合、A社製の表面粗さ（Ry）は約3μmに対して、B社製の表面粗さ（Ry）は約7μmとなった。

4. 結言

TiAlNコーテッド超硬エンドミル工具（A社製）とステンレス鋼の切削油剤およびミストを用いたステンレス鋼のエンドミル切削加工実験を行い、切削油剤、ミストを用いた時の工具の摩耗状況、加工面（表面）粗さについて比較検討を行った。さらに、TiAlNコーテッド超硬エンドミル工具（B社製）と上記のTiAlNコーテッド超硬エンドミル工具（A社製）の切削油剤およびミストの違いについて比較検討を行った。その結果は、以下のとおりである。

- (1) TiAlNコーテッド超硬エンドミル工具（A社製）において、切削油剤とミストを比較した場合、切削油剤を使用した場合、良好な結果が得られた。
- (2) 切削油剤を使用した場合、TiAlNコーテッド超硬エンドミル工具（A社製）の工具は、TiAlNコーテッド超硬エンドミル工具（B社製）に比べて工具摩耗が大きいが、表面粗さ（Ry）は、TiAlNコーテッド超硬エンドミル工具（B社製）に比べてやや良好で、約3μ

mであった。TiAlNコーテッド超硬エンドミル工具（A社製）の工具において、ミストを使用すれば、切削距離0.5mで著しいチップング、剥離が生じ、ミストを使用したTiAlNコーテッド超硬エンドミル工具（B社製）の工具摩耗に比べて、工具摩耗が激しい結果となった。

参考文献

- [1] 瀧内直祐：長崎県工業技術センター研究報告 23 (1995)134
- [2] 瀧内直祐：長崎県工業技術センター研究報告 24 (1996)108
- [3] 松永一隆、瀧内直祐：長崎県工業技術センター研究報告 27(1999)30
- [4] 瀧内直祐、松永一隆：長崎県工業技術センター研究報告 30(2001)51
- [5] 瀧内直祐、太田泰平：長崎県工業技術センター研究報告 31(2002)54
- [6] 瀧内直祐、太田泰平：長崎県工業技術センター研究報告 32(2003)53
- [7] 瀧内直祐、太田泰平：長崎県工業技術センター研究報告 34(2004)51
- [8] 瀧内直祐、太田泰平：長崎県工業技術センター研究報告 35(2005)43
- [9] 瀧内直祐、太田泰平：長崎県工業技術センター研究報告 36(2006)41
- [10] 瀧内直祐、太田泰平：長崎県工業技術センター研究報告 37(2007)38
- [11] 瀧内直祐、太田泰平：長崎県工業技術センター研究報告 38(2008)28
- [12] 瀧内直祐、太田泰平：長崎県工業技術センター研究報告 39(2009)37

シミュレーション技術を活用した分子構造基盤薬物設計の研究(第2報)

工業材料科 主任研究員 重光保博

本研究の目的は、電子レベルの第一原理シミュレーションを中核技術として「鍵と鍵穴モデル」に基づくモデル計算を実行し、創薬技術としての有効性を検証することである。第1報では、小タンパク質 DJ-1 をターゲットとした予備計算を行い、(1) Cys106 近傍の残基配置の解析 (2) 活性 / 非活性化合物 Compound A,B/C の電子状態計算の結果、鍵-鍵穴フィッティングの重要な情報である HOMO/LUMO 軌道分布や静電ポテンシャル分布を求めた。第2報では、FMO(Fragment Molecular Orbital) 法を用いて DJ-1 に対する全電子計算を実行し、「鍵穴」近傍のアミノ酸残基相互作用解析を行った。

1. 緒言

新薬開発の最初のステップは候補化合物を効率よく発見することであるが、特定分子種に偏らないよう化学的多様性を有する候補化合物をバランス良く選出することが後の最適化ステップにおいて重要となる。創薬の現場では、大規模な化合物ライブラリをコンビナトリアルケミストリ (CC) で合成し、その活性をハイスループットスクリーニング (HTS) によって高速に判定する手法が普及している。しかし偶発的発見に頼る絨毯爆撃的探索では、膨大なコストに見合う成果を出すことがしだいに困難になっている。コンビナトリアルケミストリでは、ケミカルスペース内の化学的多様性を十分に反映させることが難しいことが原因と考えられ、この問題解決のためケモインフォマティクスやシミュレーション手法の導入によるケミカルスペース内探索の均等化・効率化が模索されている。

標的タンパク質や候補化合物の立体構造情報に基づいた創薬 (Structure Based Drug Design: SDBB) は、探索の有力な手法であり、高精度な第一原理シミュレーションの活用が期待されている。薬効発現は複雑な代謝系を構成する高度に組織化された化学反応群から構成されており、各反応に関与する化合物の分子原子レベルの知見によって記述されるため、信頼性の高い創薬技術には量子力学に基づく第一原理シミュレーションが必要となる。現代の量子力学計算は、以前はアプローチ不可能であった生体高分子をその解析ターゲットとしつつある。SDBB の現場では、候補化合物の構造情報 (Ligand-base) や標的タンパク質の構造情報 (Structure-base) を用いて、化合物ライブラリの精密化が試みられている。実際 G タンパク質共役受容体 (GPCR) に対する Structure-base フォーカストライブラリが構築され、探索効率化が実証されている^[1]。

疾病の標的タンパク質やリガンドの多くはその構造が未知であるが、第一原理生体分子シミュレーションはこのような場合において SDBB を可能にする汎用的手法として期待される。

2. 手法

2.1 Fragment MO(FMO) 法^[2]

従来の古典的計算法では、計算精度が不十分なため SDBB には信頼性限界がある。一方、高精度な第一原理計算は計算負荷が大きいため、巨大系に対応した理論と計算手法が必要となる。FMO 法はこの問題を解決する有力な手段であり、巨大分子を小さな構造単位 (Fragment) で分割し、各 Fragment の個別エネルギーを用いて、全系のエネルギーを外挿する手法である。計算コストを大きく軽減しつつ、従来の第一原理計算と同等の定量精度を保持しているため、水素結合や CH/π 結合などの弱い相互作用が重要となる生体高分子の計算にも適応可能である。Fragment 間の相互作用も解析でき、タンパク質-リガンド結合をアミノ酸残基単位で求めることができる利点もある。インフルエンザウイルスのヘマグルチニン蛋白質-受容体の相互作用解析^[3]などに適用され、生体分子を対象にした大規模高精度シミュレーションの有効性検証が進んでいる。

2.2 DJ-1 タンパク質^[4]

ChainA/B からなる小タンパク質 DJ-1 (約 22kDa, 378 残基) (図1) は、家族性パーキンソン病 PARK7 因子をはじめ、活性酸素制御、生殖機能、乳がんバイオマーカーなど様々な機能に参与していることが報告されている。Chain A 中に存在する Cys106 の酸化による変異が重要な役割を果たしていると考えられ (図2)、このサイトに結合するアンタゴニストを *in silico* スクリーニングを用いて化合物ライブラリから絞り込み、水晶振動子マイクロバランス法で求めた結合親和性と一致した結果が得られている^[4]。酸化型/還元型 DJ-1 のそれぞれに対して、約 30000 個の化合物ライブラリから、酸化型/還元型の Cys106 サイトとのドッキングスコアが高い化合物 (Compound A, Compound B)、酸化型とのドッキングスコアが低い化合物 (Compound C) のバーチャルスクリーニングを実行し、それらのサイト親和性が実験結果と一致することが示されている^[4]。

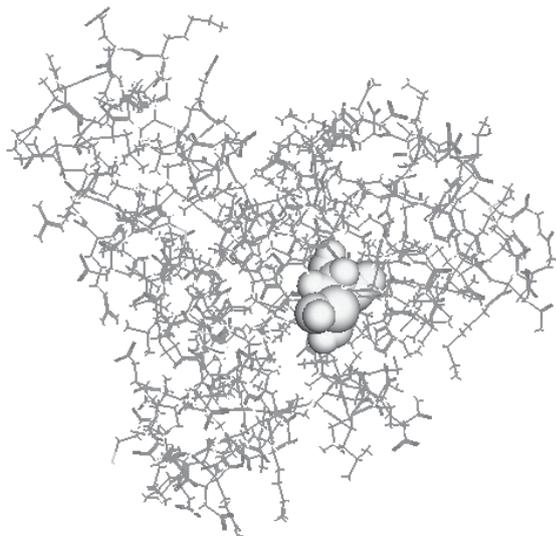


図1 DJ-1 タンパク質 (3EZG: Chain A) の構造と活性サイト C106 (酸化型)

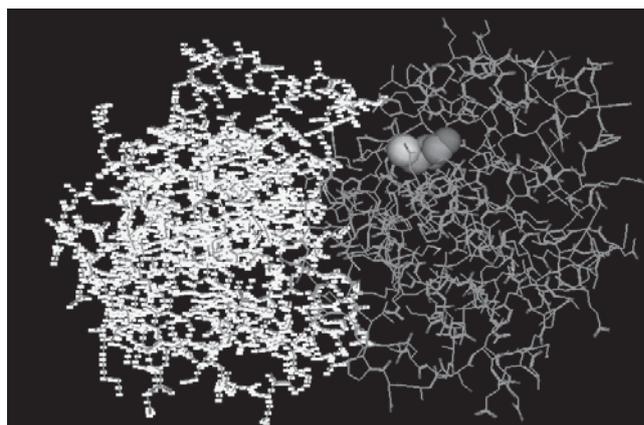


図2 DJ-1 の Chain A (stick 表示) と Chain B (黄色標記) および活性サイト C106 (CPK 表示) (還元型)

3. 解析結果

還元型 DJ-1 は Honbou らによる dimer データ (IUCF)^[5]、酸化型 DJ-1 は Blackinton らによる monomer データ (3EGZ)^[6] をそれぞれ用い、分子動力学法 (AMBER ver.11 amber03 力場) によりエネルギー極小化の後、Ins の MD 平衡化によって構造を決定した。還元型 DJ-1 の Chain A について Hartree-Fock レベルで FMO/6-31G(d) 計算を実行し、PIEDA 解析 (Pair Interaction Energy Decomposition Analysis) によって Cys106 付近のアミノ酸残基相互作用を解析した。FMO 計算には GAMESS-US を使用し、FMO 計算の入力作成および PIEDA 解析の可視化には FACIO を用いた。HF-FMO 計算は、2 体近似までで打ち切った。計算プラットフォームは、HPC-5000WS および FUJITSU PRIMEQUEST580/HITACHI SR-16000 (九州大学情報基盤研究開発センター) を使用した。

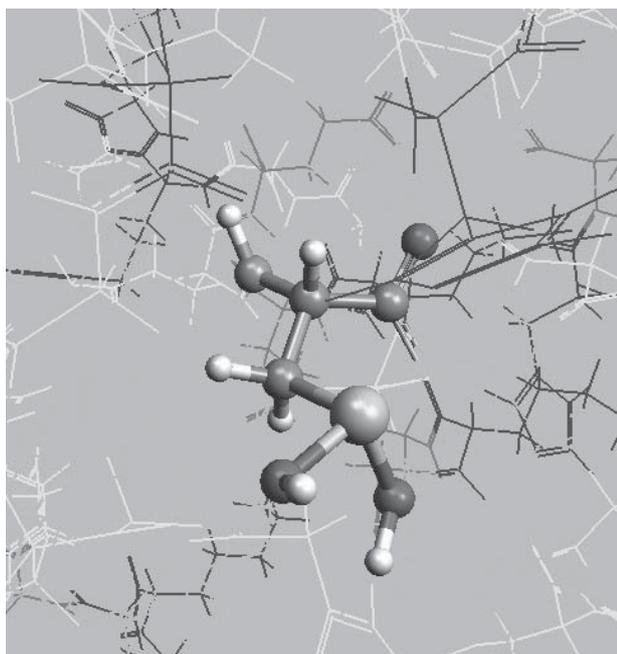


図3 DJ-1 活性サイト C106 の拡大図 (酸化型)

MDによって得られた平衡構造では、活性中心 Cys106 の硫黄原子 (S764) 近傍 3.5 オングストローム以内に存在するアミノ酸残基は、それぞれ GLU18/

HIS126/ARG156 (還元型)、GLU18/GLY75/HIS126/ARG156 (酸化型)であった(図3)。酸化に伴う大きな構造変化は起こっていないと考えられるが、酸化型では GLY75 の O536 が近接領域に入ってくる。これはスルフィン化に伴う微妙な構造変化を反映していると考えられる。還元型においては、Cys106 近傍には Chain B は存在せず、Chain 間の相互作用が及ぼす影響は無視できると考えられる。Cys106 は Chain A の表層部に位置しており、ちょうど HIS126 のイミダゾール基が「蓋をする」構造をとっている。S764 との主要な相互作用は HIS126 (N899) と推定され、硫黄原子のソフト性を考慮すると静電力のみではなく、 π - π や σ - π といった軌道相互作用が大きな役割を果たしていると推定される。

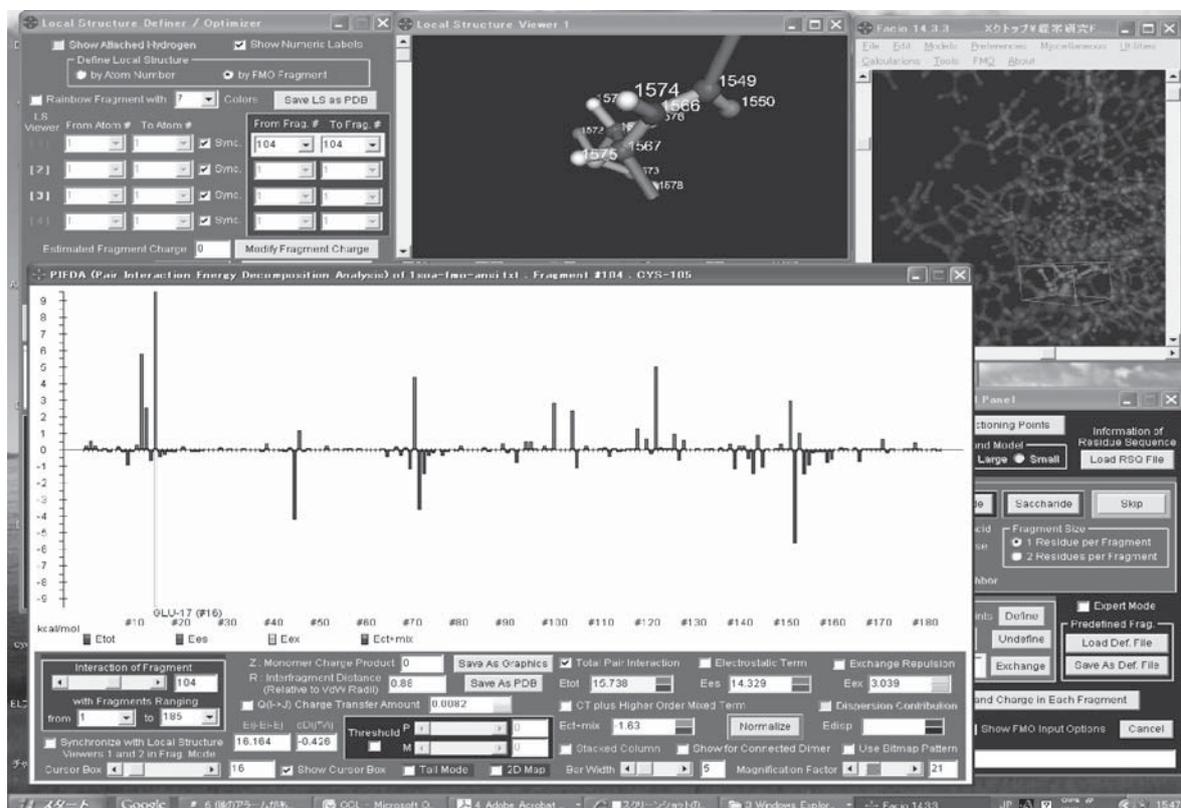


図4 還元型 DJ-1(1-UCF:Chain A) の HF-FMO/6-31G(d) 計算と PIEDA 解析

1-UCF(Chain A) に対する PIEDA 解析の結果、Cys106 との間で、GLU18 および HIS126 の強いクーロン相互作用、ARG156 との間で強い交換相互作用が見出された (図 4)。これらの結果は、MD 計算によって得られた Cys106 近傍のアミノ酸配置と良い一致を示している。

4. 結 言

本研究では、第一原理計算に基づく高精度 *in silico* スクリーニングの有効性の確認、すなわち予測結果の改善を検証することが最終目的である。DJ-1 をターゲットとした FMO 計算を行い、PIEDA 解析を用いて受容体近傍のアミノ酸残基相互作用を解析した。今後、受容体近傍を切りだし、メラプレセット 2 次摂動計算によってさらに高精度な FMO 計算を実行する。今後、受容体近傍の知見を基にして、Compound A,B,C の安定配座の数種類についてドッキングシミュレーションを実行し、タンパク質 - リガンド間の相互作用を詳細に分析する (図 5)。

参考文献

- [1] 古谷利夫、CICSJ Bulletin, 23, 143 (2005)
- [2] 北浦和夫、近畿化学協会コンピューター化学部会例会資料 (2007)
- [3] T.Iwata, U.Mocihzuki, S.Tanaka et al., Comp.Biol. Chem., 32, 198 (2008)
- [4] S.Miyazaki, T.Yanagida, M.Arigo et al, J.Neurochemistry, 105, 2418-2434 (2008)
- [5] K.Honbou, N.N.Suzuki, M.Horiuchi et al., J.Biol. Chem. 278,31380 (2003)
- [6] J.Blackinton et al, J.Biol.Chem. 284,6476 (2009)

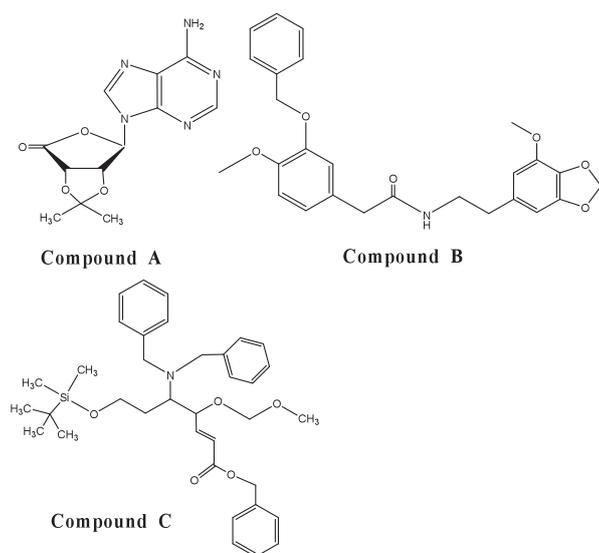


図 5 リガンド化合物

植物バイオマスを活用した熱硬化性樹脂の開発

工業材料科 主任研究員 市 瀬 英 明
工業材料科 科 長 瀧 内 直 祐
佐世保工業高等専門学校 教 授 古 川 信 之

本県は、未利用天然資源（植物バイオマス）が豊富な地勢にある。しかし、その利活用については十分とは言えないのが現状である。循環型社会構築の観点から、植物バイオマスを活用した環境調和型材料の開発と利用技術の構築が望まれている。本研究では、未利用の木質資源をマテリアル利用し、フェノール樹脂の合成原料として活用することを目指した。平成20年度から3か年の計画で、植物バイオマスを活用した熱硬化性樹脂の開発と、接着剤（バインダー）としての応用検討を行った。まず、フェノールを用いたヒノキ材の加溶媒分解を行い、木材の液化率に及ぼす操作条件や原料配合比率等の影響について明らかにした。次いで、得られた液化木材を基材としたプラスチック成形品（フェノール樹脂硬化物）を試作した。その結果、液化木材をヘキサメチレンテトラミンにて硬化させたフェノール樹脂硬化物は、市販のフェノール樹脂成形品と同等程度の機械特性を有することがわかった。さらに、液化木材をバインダーとしたパーティクルボードを試作し、その機械的特性を評価した。その結果、得られたパーティクルボードはJIS 実用強さを有しており、液化木材はバインダーとして有用であることがわかった。

1. 緒 言

本県は、未利用天然資源（植物バイオマス）が豊富な地勢にある。しかし、その利活用については十分とは言えず、利用率も依然として低調な状況にある。現在、循環型社会構築、および新産業創出の観点から、植物バイオマスを活用した環境調和型材料の開発と利用技術の構築が望まれている。

木材は、金属やプラスチックのように加熱により軟化して流動することがない。そのため自由に熱圧成形し難く、加工法が限定されている。よってその用途は狭い範囲に留まらざるを得ない。特に製材廃材や、林地に残存する間伐材のような未利用材の有効利用を考えると、従来の加工法では限度があり、新規な方法・技術が求められている。

これまで、未利用木質資源をフェノール樹脂の合成原料としてマテリアル利用することを目指して検討を進めてきた^{[1]～[3]}。本研究では、木質バイオマスを活用した熱硬化性樹脂の開発を行い、その応用として、プラスチック成型品、接着剤・バインダー等への展開を目的とした検討を実施した。まず、フェノールを液化試剤に用いてヒノキ材の加溶媒分解を行った。次いで、得られた液化木材を基材としたプラスチック成形品（フェノール樹脂硬化物）を試作し、その機械的特性を評価したので報告する。さらには、液化木材をバインダーとしたパーティクルボードを試作したので、併せて報告する。

2. 実験方法

2.1 試料及び試薬

加溶媒分解に用いた鋸屑状のヒノキ材は、予め分級し、18meshを通過したものを105℃の乾燥器中で恒量になるまで乾燥させたものを使用した。他に用いた試薬類は市販品をそのまま使用した。

2.2 木材の液化

ヒノキ材と予め融解させたフェノールの所定量（ヒノキ材100重量部に対し、フェノール50、100、および200重量部）を秤量し、均一に混合した。これを200ml容ステンレス製反応容器に充填した。その後、所定の温度で180分間、密閉状態で反応させた。反応終了後、反応物を容器から取り出し、105℃の乾燥器中で恒量になるまで乾燥させたものを液化木材として得た。なお、反応生成物中には、液化できなかった未分解の木質部が残存していたが、あえてこれを除去することなく、未分解木質部を含んだままで液化木材とした。

2.3 液化木材を基材としたプラスチック成形品（フェノール樹脂硬化物）の試作

液化木材にヘキサメチレンテトラミンを10%添加し、十分に混合攪拌した。混合物をステンレス製金型に封入し、東洋精機(株)製卓上小型プレスで加熱プレスすることにより硬化物を得た。プレス条件は、温度；

170℃、時間；10分とした。プレス圧力は250kgf/cm²を目安としながら、目標比重に応じて調整した。放冷後、金型から外し、プラスチック成形品（フェノール樹脂硬化物）を得た。

2.4 液化木材をバインダーとしたパーティクルボードの試作

所定量の液化木材に硬化剤としてヘキサメチレンテトラミンを10%添加し、十分に混合攪拌したものをバインダーとした。骨材には、建設系廃木材を破碎したりサイクルチップ（10mmメッシュ以下のもの）を80℃の乾燥器中で恒量になるまで乾燥させたものを使用した。骨材の木チップ100重量部に対してバインダーを25重量部添加し十分に混合した。次にこの混合物を、底面が150mm×150mmのアルミ製型枠中に均一にフォーミングした後、厚さが約9mmになるように加熱プレスした。圧縮成形温度は170℃、圧縮時間は10分とした。圧力は、調製密度に応じて150～250kgf/cm²とした。放冷後、型枠から外し、パーティクルボードを得た。

2.5 測定と分析

【液化率】 得られた液化木材を、テトラヒドロフラン（THF）で希釈・洗浄した。それを濾別後、105℃で恒量になるまで乾燥させた濾別残渣を秤量し、式(1)により残渣率を、式(2)より液化率を求めた。

$$R = \frac{S_2}{S_1} \times 100 \quad (1)$$

$$L = 100 - R \quad (2)$$

ここで、 R は残渣率（%）、 S_1 は仕込み時のヒノキ試料重量（g）、および S_2 は未反応の乾燥残渣重量（g）、 L は液化率（%）である。

【分子量分布】 液化物の分子量分布はGPCにより分析した。分析条件は以下のとおりとした。分子量は、標準ポリスチレンを使用した検量線より換算し算出した。カラム；Shodex LF804×3本、検出器；紫外可視分光光度検出器SPD-20A（島津製作所製）、測定波長：254nm、移動相：THF、カラム槽温度：40℃、移動相流量：1.0ml/min

【比重】 成形した硬化物から約20mm×5mm×3mmの試験片を切り出し、比重計（株島津製作所製、SMK-401）を用いてアルキメデスの原理に基づく液浸法により測定した。本測定では、空気中および水中で

試料重量を測定し、比重を式(3)により求めた。

$$d_p = \frac{W_1 \times d_w}{W_1 - W_2} \quad (3)$$

ここで、 d_p ；試料の比重（g/cm³）、 W_1 ；空気中での試料の重量（g）、 W_2 ；水中での試料の重量（g）、 d_w ；測定時の水温における水の比重（g/cm³）である。

【硬度】 硬化物の硬度は、ロックウェル硬度計（株明石製作所製ARK-F1000）を用いて、Mスケール（基準荷重98.07N、試験荷重588.4N、圧子φ6.350mm鋼球）で測定した。

【曲げ特性】 プラスチック成形品（フェノール樹脂硬化物）の曲げ特性はJIS K6911に準じ、卓上型オートグラフ（島津製作所製AGS-5kNA）を用いて3点曲げ試験を行うことにより評価した。また、パーティクルボードの常態曲げ特性は、試験体から幅20mm×長さ150mmの試験片を切り出し、同様に試験より評価した。なお、スパンは135mmとし、負荷速度は10mm/minとした。

【湿潤時曲げ特性】 試験体から幅20mm×長さ150mmの試験片を切り出し、沸騰水に2時間浸漬し、次いで常温水中に1時間浸漬した後、液滴を拭う程度で濡れたままの状態ですべてと同様の曲げ試験を行った。

3. 結果と考察

ヒノキ間伐材から得られた液化木材のうち、液化率が80%を越えるものは、図1に示すように粘稠な黒色液体だった。液化率が60～70%以下のものは、図2に示すように、その性状は液体ではなく、黒変した未分解の木質部にタール状の液化部が絡み合った固液混合物だった。

図3にフェノール/木材=1/1、反応温度200℃で反応させた液化木材（THF可溶部）のGPC曲線を示す。GPC曲線には、液化溶媒のフェノールのピークが最も顕著に現れるが、高分子量域に液化木材に由来するオリゴマー成分が確認できた。このオリゴマーの重量平均分子量 M_w は、標準ポリスチレン換算で699だった。

図4に液化率に及ぼす反応温度、液比の影響を示す。反応温度が高いほど、また木質原料に対するフェノールの添加量が多いほど、高液化率であることがわかった。



図1 液化木材の性状 (Phenol/Wood=2/1, Temp.=250°C)



図2部分的に液化した木材の性状 (Phenol/Wood=1/1, Temp.=175°C(左前), 225°C(右奥))

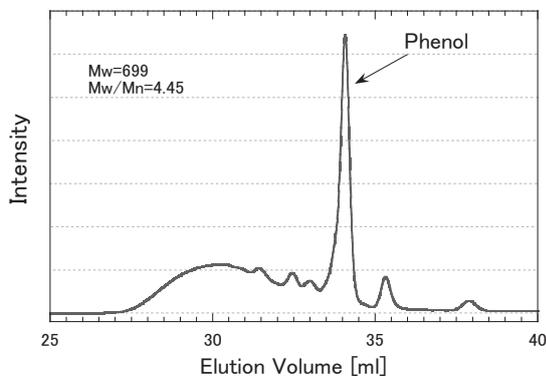


図3 液化木材のGPC曲線

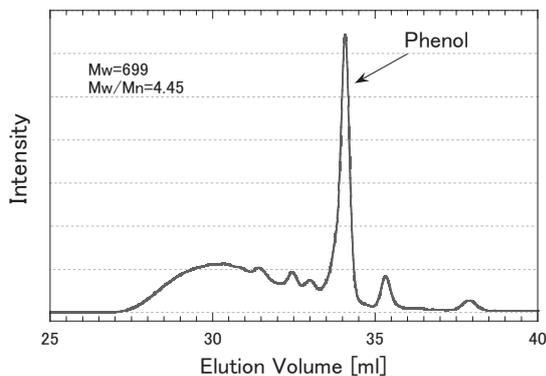


図4 液化率に及ぼす反応温度・液比の影響

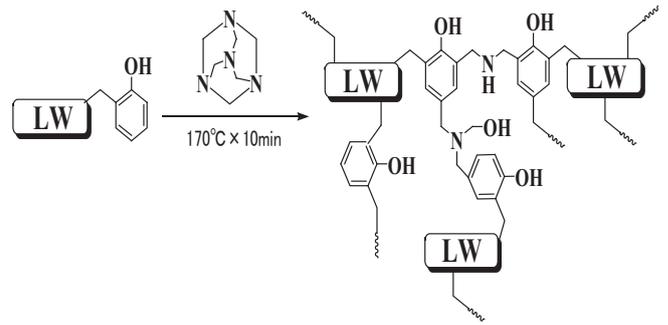


図5 液化木材の硬化反応モデル

液化木材にヘキサメチレンテトラミンを混合し熱プレスすることにより、硬化させ、プラスチック成形品（フェノール樹脂硬化物）を得た。なお、液化木材には、液化反応過程で液化できなかった未分解の木質部が残存していたが、あえてこれを除去することなく、未分解木質部を含んだままのものを液化木材として使用した。これは、可能な限り、木質原料のすべてをマテリアル利用するためである。硬化反応モデルは図5のとおりである。プラスチック成形品（フェノール樹脂硬化物）を図6に示す。

得られた液化木材硬化物の機械的特性を表1に示す。また、使用した液化木材の調製条件とその液化率を表2に示す。この結果から、フェノール/木材配合比が同じ条件で液化させた部分液化木材は、液化反応温度が高い試料ほど（液化率が高い試料ほど）、その硬化物の機械的特性が高いことがわかった。（試作 No.1, 2, 3）

また、液化反応温度を 200°C に保った場合、若干ではあるが、今回の条件では、フェノール/木材配合比が高く、液化率も高い試料の方が、高い機械的特性を示すことがわかった。（試作 No.2,4）

前述のとおり、木材の液化物は分子量分布を有するオリゴマーである。このため、液化率が高い液化木材であるほど、硬化と樹脂化に寄与し得るフェノール樹脂前駆体が多く含まれており、結果として硬化物の機械的特性の向上に寄与しているものと考えられる。

なお、試作 No.5 の硬化物は非常に脆かった。そのため、曲げ試験や硬さ試験において、試験片が試験治具でそぼろ状に押し崩されてしまい、適切な試験結果を得ることが出来なかった。これは、硬化前の原料組成物が、液化率が極端に低く、ほぼ生木粉と思われる粉体に若干のフェノールモノマーが含まれている状態だったため、硬化剤を混合して熱プレスしても硬化反応が十分に進行できなかったためと考えられる。

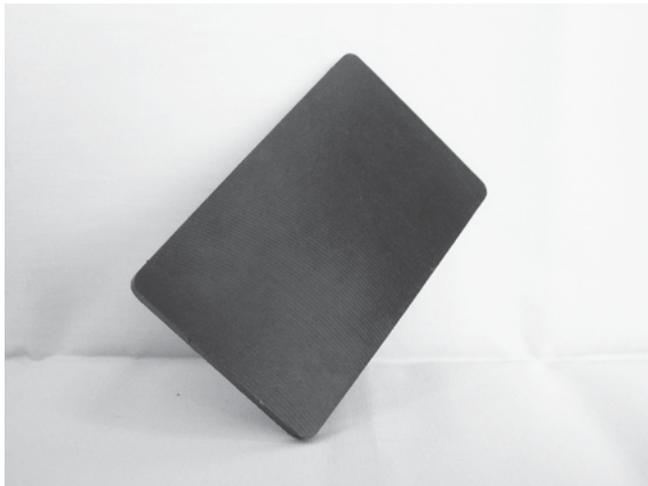


図6 液化木材を基材としたプラスチック成形品

表1 液化木材硬化物の機械的特性

試作 No.	1	2	3	4	5	フェノール樹脂 (木粉充填) [4]
比重 [g/cm ³]	1.40	1.41	1.40	1.39	1.41	1.37 ~1.46
曲げ強さ [MPa]	38.9	49.1	58.3	52.2	19.8 (参考値)	48.3 ~96.6
曲げ弾性率 [MPa]	6620	7250	7920	7430	—*	6990 ~8280
硬さ HRM	106	119	118	116	—*	100 ~115

(*: 測定不能)

表2 使用した液化木材の調製条件と液化率

試作 No.	1	2	3	4	5
反応温度 [°C]	175	200	225	200	200
フェノール/木材 配合比[-]	1/1	1/1	1/1	2/1	0.5/1
液化率 [%]	40.3	64.5	78.5	78.5	32.5

液化木材をバインダーとしたパーティクルボードを試作した (図7)。バインダーには、フェノール/木材 = 1/1 の配合で 180°C、200°C、および 220°C の条件で調製した液化木材を使用した。以下、それぞれ LW-180、LW-200、LW-220 とする。なお、ここで用いた液化木材も、それぞれの液化率 (残渣率) に相当する未反応の木質残渣を含むものを使用した。試作したパーティクルボードの曲げ強度と密度の関係を図8に示す。曲げ強さは密度とともに上昇する傾向にあった。また、パーティクルボードの密度を大きくするにしたがい、バインダーに使用する液化木材に起因すると思われる曲げ強さの差異が顕著になった。すなわち、密度 0.65g/cm³ では LW-180、LW-200、また LW-220 の

何れをバインダーに使用してもパーティクルボードの曲げ強さは 12.1 ~ 16.8MPa とさほど大きな違いはなかった。しかし、パーティクルボードの密度が 0.75、0.85 g/cm³ と大きくなるにしたがい、曲げ強度は LW-180 < LW-200 < LW-220 の順に、より高温処理して得られた液化木材を使用したものほど、高強度を発現することが確認できた。これは、高温処理して得られた液化木材であるほど、高液化率 (すなわち未反応木質残渣を含まない) であり、バインダーとしての流動性、木チップ骨材への適度な浸透性に優れるためと考えられる。

同様に湿潤曲げ強さを評価した。常態曲げ強さと同様に、パーティクルボードの密度を大きくするにしたがい、バインダーに使用する液化木材に起因すると思われる曲げ強さの差異が顕著になった。しかし、常態曲げ強さより、その差異は小さかった。

本研究で試作したパーティクルボードは、すべてが JIS A5908 (パーティクルボード) に分類されるいずれかの強度規格を満たすものだった。そのなかでも、6割程度の液化率しかない (すなわち4割弱の未反応木質残渣を含む) LW-200 においてさえも、0.85g/cm³ 以上の密度で成形すれば、素地パーティクルボード 18タイプ、および 24-10タイプの規格を十分にクリアできることは意義ある結果と考える。



図7 液化木材をバインダーとしたパーティクルボード

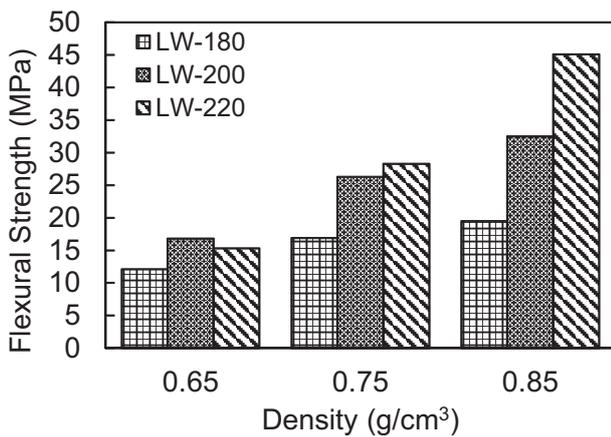


図8 パーティクルボードの常態曲げ強さ

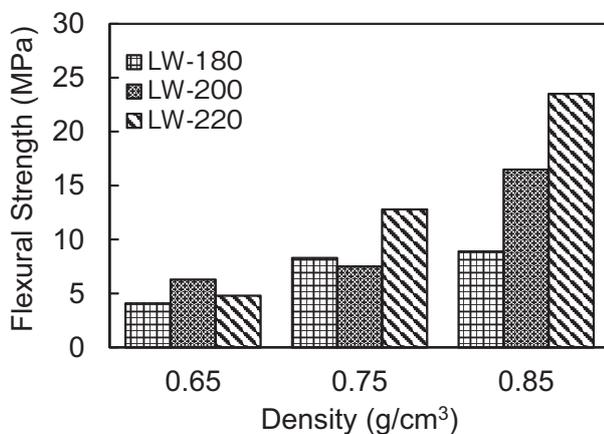


図9 パーティクルボードの湿潤曲げ強さ

7). 液化木材をバインダーとして用いても、得られるパーティクルボードは JIS 規定の曲げ強さを発現した。

参考文献

- [1] 市瀬英明, 古川睦久: 日本接着学会誌, 44(7), pp.252-257 (2008)
- [2] 市瀬英明, 瀧内直祐: 長崎県工業技術センター研究報告, 38, pp.36-37 (2009)
- [3] 市瀬英明, 瀧内直祐: 長崎県工業技術センター研究報告, 39, pp.45-46 (2010)
- [4] 本間精一: “プラスチックポケットブック”, 工業調査会, pp.119 (2005)

4. 結 言

- 1). 木材の液化では、分子量分布を有するオリゴマーが生成した。
- 2). 木材の液化では、反応温度が高いほど、また木質原料に対するフェノールの添加量が多いほど、高液化率だった。
- 3). 液化木材のヘキサメチレンテトラミン硬化物は、市販のフェノール樹脂成形品と同等の機械特性を有した。
- 4). 液化木材は、液化反応温度が高いほど（液化率が高いほど）、その硬化物の機械的特性が高かった。
- 5). 液化木材は、フェノール/木材配合比が高いほど（液化率も高いほど）、その硬化物の機械的特性が高かった。
- 6). 液化木材をバインダーとしたパーティクルボードでは、より高温処理して得られた液化木材を使用したものほど、高強度を発現した。

アコヤ貝真珠層タンパク質を配合したスキンケア商品の開発

食品・環境科 専門研究員 晦 日 房 和
長崎大学水産学部 教 授 原 研 治
長崎大学水産学部 教 授 長 富 潔
長崎大学先導生命科学研究支援センター 教 授 松 田 尚 樹
広島大学薬学部 教 授 杉 山 政 則
株式会社 舞椿 代表取締役 中 山 幸 男

長崎県の真珠生産量は全国でもトップレベルである。しかしながら、養殖後のアコヤ貝貝殻が大量に排出され、その有効利用が望まれている。これまで貝殻真珠層のタンパク質の生理作用について調べてきたが、今回真珠層微粉末の DPPH ラジカルへの影響を調べたところ、ラジカル消去作用があることがわかった。さらに、真珠層微粉末を直接配合することを前提として、医薬部外品原料の規格試験、動物試験などで安全性を確認し、同粉末を配合したスキนครリームを試作した。当該クリームのアンケートを実施したところ、使用感が良いと好評であった。

1. 緒 言

長崎県の真珠生産量は9トン（H20年）と全国第1位で、年間約2000万個以上のアコヤ貝が養殖されている。その結果として500トン以上の貝殻が排出されるが、殆ど利用されていないのが現状である。

真珠及び貝殻真珠層は炭酸カルシウムを主成分としている。一部コンキオリンと呼ばれるタンパク質をはじめ多糖などの有機物質を含んでおり、それらはアコヤ貝外套膜からその成分が分泌される。構造的に貝殻は、外側の稜柱層が方解石 (calcite)、一方、内面の真珠層がアラレ石 (aragonite) という結晶構造をなしており後者は真珠と同様である。これらの結晶の形成はコンキオリンタンパク質によって制御されていると考えられている。

一方、コンキオリンのその他の作用として、その加水分解したアミノ酸は保湿性などの作用があることから化粧品原料として使用されている。また、ホタテ貝の貝殻タンパク質にはいくつかの生理活性があることが報告されている^[1]。このように、アコヤ貝貝殻真珠層を構成するタンパク質などの有機物質の中には多種の生理作用を示すものが存在している可能性が考えられる。

我々は、既に真珠層の不溶性タンパク質には抗酸化作用があることを報告した^[2]。そこで、今回真珠層粉末に同様な作用がないか調べた。

2. 方 法

2.1 研究材料

研究材料となるアコヤ貝貝殻は長崎県産で真珠養殖後のものを使用した。貝殻外側の稜柱層を研磨した真珠層を70%エチルアルコールで表面を殺菌・乾燥した。それを粉砕機で10ミクロン程度に粗粉碎した後、さらに平均1 μ mの微粉末とした。

2.2 DPPH ラジカルによる抗酸化作用の測定

真珠層微粉末の抗酸化作用の評価は、有色で簡易迅速な手法である DPPH(1,1-ジフェニル-2-ピクリルヒドラジル) ラジカルを用いて実施した。方法は、須田らの方法を一部改変して行った^[3]。400 μ M-DPPH (in EtOH)、0.2M MES buffer (pH 6.0) および EtOH の3試薬を各々250 μ l 混合した750 μ l に真珠層微粉末の水懸濁液(250 μ l)を加え、室温で20分間振とうさせ反応した。その後、反応液を14000 rpm、2 min. 遠心した上清を回収し520 nm で測定した。結果は、真珠層微粉末を含まないコントロールに対する DPPH ラジカルの消去活性を相対比として算出した。

2.3 パールパウダー（真珠層微粉末）の医薬部外品原料規格試験^[4]

- 1) 確認試験
- 2) 純度試験（重金属、ヒ素、フッ素）
- 3) 乾燥減量
- 4) 炭酸カルシウム含量

以上は医薬部外品原料規格に準じて行った。

2.4 ウサギを用いた真珠層微粉末の皮膚一次性刺激試験

検体の試験液について、OECD Guidelines for the Testing of Chemicals 405(2002)に準拠し、ウサギによる皮膚一次性刺激性試験を行った。試料は検体とワセリンを混合したものを調製して用いた。また、対照としてワセリンのみも適用した。

日本白色種雄ウサギ3匹を使用し、背部被毛を試験の24時間前に剪毛した。試験動物1匹につき6カ所を設定し、そのうちの3カ所には18ゲージの注射針を用いて、真皮まで達しないように角質層にすり傷をつけ（有傷皮膚）、他の3カ所を無処理（無傷皮膚）とした。

約2 cm X 3 cm のガーゼパッチに試料又はワセリンを各々0.5 g 均一に載せ、それぞれにつき無傷及び有傷皮膚の各1カ所ずつに適応した後、マルチフィックス・ロール（スリーエムヘルスケア株式会社）で保持した。残りの無傷及び有傷皮膚は対照とした。適用時間は24時間とし、その後パッチを取り除き、1、24、48及び72時間に観察を行い刺激反応の採点を実施した。また、Federal Register(1972)に準拠して、適用物質ごとにパッチ除去後1、24及び48時間の採点値を合計して6で除し、更に各試験動物の平均を算出して一次刺激性インデックス(P. I. I.)とし、ISO 10993-10の基準に基づき、試料及びワセリン刺激性の評価を行った。

2.5 ウサギを用いた真珠層微粉末の眼刺激性試験

検体の試験液について、OECD Guidelines for the Testing of Chemicals 405(2002)に準拠し、ウサギによる眼刺激性試験を行った。日本白色種雄ウサギ3匹の片眼結膜嚢内に試験液0.1 ml点眼し、他眼は溶媒対象として注射用水を同様に点眼した。点眼後1、24、48及び72時間にスリットランプ(X10)を用いて角膜、虹彩、結膜などの観察を行い、Draize法の基準に従って眼刺激性の程度を採点した。得られた採点値を用いて、観察時間ごとに3匹の平均合計評点を求め、その最高値から眼刺激性の評価を行った。

なお、2.3～2.5の試験については、(財)日本食品分析センターで行った。

3. 結果および考察

活性酸素は生体内で疾病の原因の1つであることが

明らかになりつつあり、皮膚においてはメラニン生成やシワ形成の促進にも関与していると考えられている。そこで真珠層微粉末での抗酸化作用を調べるためにDPPHラジカルの消去能を指標に調べた。その結果、DPPHラジカルは、微粉末の濃度に依存的してその消去が認められることが判明した（図1）。

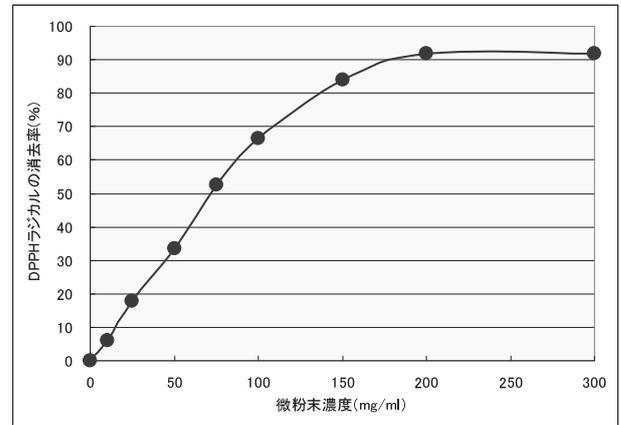


図1 真珠層微粉末によるDPPHラジカル消去作用

真珠層の微粉末は抗酸化作用があり、微粉末の使用は取り扱いやすく操作が容易であることから化粧品原料への利用を検討した。

まず、真珠層微粉末の化粧品原料として使用するため医薬部外品原料の規格試験を行った。その結果、重金属、ヒ素、フッ素の純度試験、乾燥減量、及び炭酸カルシウム含量においていずれも規格をクリアした。

次に、ウサギを用いて真珠層微粉末の皮膚一次性刺激性試験を行ったところ、配合予定濃度では刺激性がないことがわかった。さらに、眼刺激性試験においても、同濃度では刺激性がないことが判明し、安全性が確認できた。

そこで、真珠層の微粉末を配合したスキンクリームを試作した。モニターを対象に試作品のアンケートを実施したところ、使用感が良いと好評であった。

参考文献

- [1] Y. C. Liu, K. Uchiyama, N. Natsui and Y. Hasegawa ; Fisheries Science, vol. 68, 1330-1336(2002)
- [2] 晦日房和 ; H21 長崎県工業技術センター研究報告 No.39, pp52-53 (2010)
- [3] 須田郁夫 ; 抗酸化機能①分光学的抗酸化機能評価、食品機能研究法, pp218-223, 光琳
- [4] 医薬部外品原料規格 2006 (薬事日報社) pp. 1195-1196

海水魚の閉鎖循環型大規模陸上飼育システムの構築

食品・環境科 専門研究員 大 脇 博 樹
総合水産試験場 環境養殖技術開発センター 養殖技術科 科 長 山 本 純 弘
水産加工開発指導センター 加工科 科 長 岡 本 昭
株式会社 西日本流体技研 研究開発部 黒 川 由 美

養殖漁業の需要が年々増えていること、より高付加価値な魚種の生産が必要となっていること等から、陸上養殖の必要性は高くなっているが、生物濾過に依存した従来の閉鎖循環式陸上養殖システムには問題点も多く、海面養殖に対してコスト的にも不利なことから、閉鎖循環式陸上養殖はそれほど普及していないのが現状である。そこで本研究者は、海水を電解することによって生成する次亜塩素酸を利用した新規海水浄化装置の開発と、その新規浄化装置を利用した新規閉鎖循環式陸上養殖システムの構築を目指してきた。海水魚の長期間の陸上飼育を実現する上で重要な課題になるとと思われる二酸化炭素の蓄積を防止するために、新たな電解槽の試作と脱二酸化炭素の可能性について検討した。その結果、試作した電解槽を用いた処理により、飼育海水中の二酸化炭素を除去できる可能性が示唆された。

1. 緒 言

沿岸漁業による水揚げ量は年々減少しており、養殖による魚類生産が年々増えてきている。魚類養殖には、海面を利用する海面養殖と陸上で実施する陸上養殖があり、それぞれに長所と短所がある。

海面養殖は、自然に近い環境の下で育成でき、初期投資が陸上養殖に比べて安価であるという利点がある一方、台風や赤潮、気候等の自然による影響を受けること、作業が重労働であるという欠点があった。

陸上養殖は、飼育するための大規模な水槽や濾過システムの設置が必要であることから、大きな初期投資が必要となること、生物濾過を行うための大量の濾材の洗浄が非常に大変なこと、魚病に対する対策が大変なこと等の欠点はあるが、陸上で作業ができるため作業が楽であること、天候や赤潮等の外的要因を排除できること、といった海面養殖の問題点を解決できるほか、温度調節ができるため短時間で飼育魚を大きくできること（生産性の向上）、全ての飼育条件を管理できること、といった大きな長所がある。また、水産養殖業においては、出荷量の増大に伴って単価の下落が起こるため、より付加価値の高い魚種へと移行していく必要に迫られており、新しい魚種の種苗生産の要望が高いが、陸上でなければ種苗生産が困難な魚種もあり、陸上で海水魚を飼育できる技術が必要となっていた。

従来の閉鎖循環式陸上養殖システムは、魚から排出される糞や鱗等を飼育水から取り出すための物理濾過槽、魚にとって有害なアンモニアを、微生物を利用し

て害の少ない硝酸に変換するための生物濾過槽、蓄積する窒素成分を除去するための脱窒槽、脱色や殺菌を目的としたオゾン処理装置もしくは紫外線処理装置、過剰なオキシダントを除去するための活性炭槽、温度を調整するための熱交換器、飼育水槽中のタンパク質等を除去するための泡沫処理装置等、多くの装置を適直接続することで、陸上での海水魚の飼育を可能としてきた^[1]。

本研究担当者らは、平成18～20年度の3ヵ年、海水電解により生成する次亜塩素酸とアンモニアの反応により、アンモニアを直接窒素に変換させることで飼育水槽中に窒素成分を蓄積させない海水浄化システムを開発してきた^{[2] - [4]}。このシステムは、微生物を利用する従来の濾過システムとは本質的に異なり、省スペースで低コスト、濾材の交換等の重労働が無い等、陸上養殖のための海水浄化技術を革新できるシステムとなりうる可能性を秘めている。

本研究開発では、この新規海水浄化システムを用いた大規模陸上養殖を実現することを目指し、実際の完全閉鎖循環式陸上養殖において問題になるとと思われる海水中への二酸化炭素の蓄積に対する対策について検討した。

海水に溶解した二酸化炭素は、海水のpHによって、炭酸 (H_2CO_3)、重炭酸イオン (HCO_3^-)、炭酸イオン (CO_3^{2-}) とその形態が変化し、一般的な海水pHである8付近では約90%が重炭酸イオン、約10%が炭酸イオン、炭酸は1%未満となっている。海水魚の陸上飼育において、飼育海水に溶存する二酸化炭素濃

度の上昇は、pHの低下、浮き袋の膨満^[5]に伴う奇形の発生率上昇、飼育魚の呼吸阻害^[6]等の問題に直結するため、所定の濃度以下にしておく必要がある。曝気による二酸化炭素の除去が試みられることが多いが、pH 8付近の炭酸の存在比は非常に小さく、曝気による除去効率は低いのが現状である。

本研究開発では、海水電解により酸性水を単離して、その酸性水に曝気することで効率よく飼育水に溶存する二酸化炭素を除去するシステムを開発することを目的とした。なお、このシステムでは、二酸化炭素と同時にアンモニアも除去できるシステムとなる予定である。

2. 実験材料及び実験方法

1) 実験材料および使用機器

実験には、長崎県総合水産試験場の砂ろ過海水を使用した。電解槽は独自に設計・製作したものを使用し、電極として白金修飾チタン（田中貴金属(株)製）を使用した。

海水の電解実験の際の電源には、直流安定化電源（菊水電子工業(株)製 PMC-18-5A）を用いた。

pHの測定には、東亜ディーケーケー(株)製 HM-26S を使用し、次亜塩素酸の濃度は SBT 法^[7]を用いた簡易測定キットを用いて測定した。

2) 実験方法

図1に示した循環水槽に砂ろ過海水をかけ流し状態にし、その海水を循環ポンプを用いて所定の流速で流した。電解槽内で分離した海水は、陽極側と陰極側から所定の流量で流れ出るようにバルブを調整し、1～3Aの電流を通電した。電解後の海水を所定時間毎にサンプリングし、pH、次亜塩素酸濃度、水温を計測した。

実験に使用したろ過海水の滴定曲線は、50mlのろ過海水に0.1N-HCl溶液を滴下し、その際のpHの変化を計測して作成した。

計算機による電解槽内の流れの三次元シミュレーションは、FLUENT6.3 (ANSYS, Inc.) を利用し、入口および出口境界条件は速度一定、壁境界条件は非すべり壁、乱流モデルは無し（層流と考える）、流体の物性値は25℃の海水の密度および粘性係数を使用、という条件で計算を実施した。また、圧力場の計算にはSIMPLE法を用い、圧力の補間には線形スキームを、その他の変数は一次精度の風上差分法を使用した。

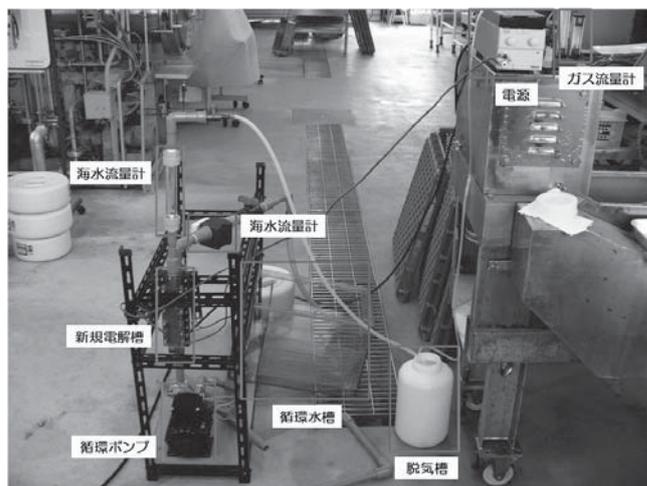


図1 新規電解槽の評価システム

3. 結果と考察

1) 電解槽の試作

図2に試作した電解槽を示した。電解槽には隔膜を設置していないが、流れのコントロールにより陽極水と陰極水を分離できるように工夫した。この電解槽を使用して、以下の実験を行った。

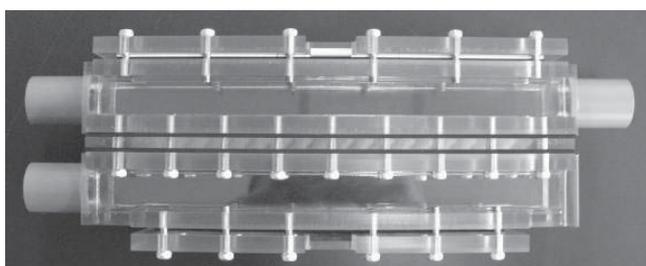


図2 試作した電解槽

2) 電解後の海水 pH の評価

図3に、試作した電解槽（図2）を使って電解した陰極側海水と陽極側海水のpHを示した。電解電流値が高くなるに従って、陽極側海水のpHが低下し、陰極側海水のpHが若干高くなった。海水の電解により、陽極側では次亜塩素酸と塩酸が生成することでpHが低下し、陰極側では水素が発生することでpHが高くなる。隔膜を使用していないこの電解槽で、陰極側と陽極側で海水を分離できていることが確認された。陰極側海水のpH上昇が、陽極側海水のpH低下に対して小さい原因は、本報では詳細な条件は示さないが、陰極側海水の流量が陽極側海水の流量よりも大きいためであると思われる。

この時の陰極側海水の次亜塩素酸濃度は、0.04～0.11ppmであった。海水の電解により生成した次亜塩

素酸量（陽極側海水の次亜鉛酸濃度×陽極側流量+陰極側海水の次亜塩素酸濃度×陰極側流量）に対する陰極側海水の次亜塩素酸量は、0.1%未満であり（データの詳細は示していない）、この電解槽による海水の分離の効率が高いことが確認された。

海水の電解によって生成する次亜塩素酸と塩酸の量は、計算によって導くことができる。その計算結果と実験に使用した海水に塩酸を滴下した際のpH変化(図4)から、電解によって誘起される海水のpH変化予測と、実際の実験結果との比較を行った。

比較結果を表1に示した。実験結果は計算結果とよく一致していることが確認された。

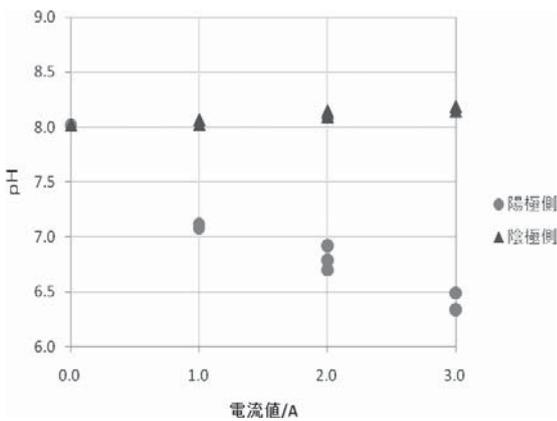


図3 電解後の電解槽出口の海水pH

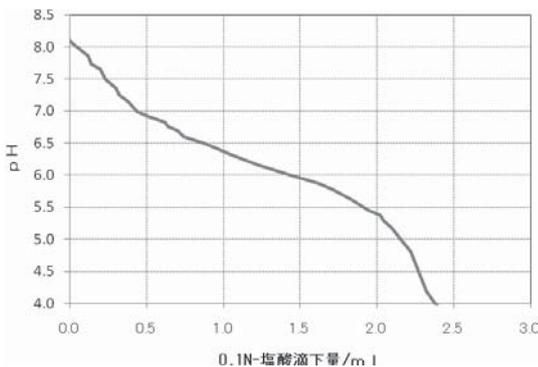


図4 実験に使用した海水の滴定曲線

表1 海水電解におけるpH変化の実験結果と計算結果の比較

電流値 (A)	実験結果	計算結果
1.0	7.1	7.2
2.0	6.8	6.8
3.0	6.4	6.4

3) 試作した電解槽内の流れのシミュレーション

図4に試作した電解槽内の流れの流速ベクトル図を、図5に試作した電解槽内の静圧分布図を示した。

図4では、電解槽内に流入した海水は、その大部分が陰極側の電解槽出口から流出していたが、一部の海水は陰極側の流出口付近で陽極側へ移動し、陽極側出口から流出していることが確認された。陽極側流出口付近では、再度陰極側の流れと合流する様子も一部に見られた。

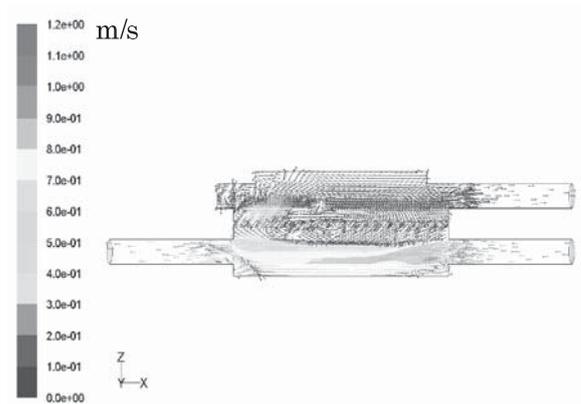


図4 試作した電解槽内の流れの流速ベクトル図

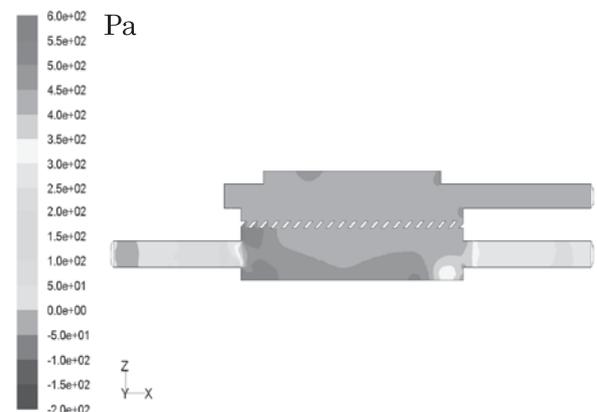


図5 試作した電解槽内の静圧分布図

図5では、電解槽に流入した直後の電解槽の角に圧力が低くなる箇所が見られた。この部分では流れが剥離していると考えられた。流れの剥離は、内部流れにおける圧力損失の増加や、振動現象といった悪影響を及ぼす可能性があり、これらの影響が無視できない場合には、流入部の位置を変更するか、角の無い形状にする必要がある。一方、陰極側から陽極側に多くの海水が流入している部分（図5電解槽の左部分）に、圧力が高くなる箇所が見られた。この高圧力の影響により、陽極部への流入量が多くなったものと思われた。

実際の電解実験では、陰極表面で水素が生成するが、電解電流値が高くなるに従って発生する水素量が多くなり気泡を目視で確認することができる。その気泡の動きが今回のシミュレーション結果と定性的に一致していたことから、今回のシミュレーションが実際の流れをほぼ再現できていたことが確認された。

4. 結 言

海水魚の閉鎖循環式陸上養殖のための脱二酸化炭素を行うために、本研究開発では海水電解による低pH海水の分離と、分離した低pH海水の曝気による方法を検討した。

昨年度製作した電解槽ではpHの低下は1程度であったが、今年度試作した電解槽は陽極側と陰極側の海水の分離度が高く、陽極側海水ではほぼ理論値通りのpHの海水を分離することができた。しかしながら、電解電流値3Aの電解であっても、陽極水のpH6以下にはならなかった。電解電流値を上げることで陽極側海水のpHを下げることは可能であると思われるが、これに伴って次亜塩素酸の生成量は多くなる。飼育海水を電解する目的は、生成した次亜塩素酸とアンモニアの反応による脱アンモニアを行うことも含まれており、飼育水に含まれるアンモニアとの反応に使用された次亜塩素酸は分解されることになるが、過剰の次亜塩素酸が残ることはその後に通過する活性炭に負担をかけることになるため好ましくない。昨年度の報告^[8]では、海水中に溶存している二酸化炭素の濃度を効率良く減少させるためには、海水のpHを5以下まで下げる必要がある、としたが、pH6であっても効率は若干悪いものの二酸化炭素の除去は可能であったことから、電解電流値を無理に上げてpHを下げるよりも、除去効率は低くとも安全なレベルでの電解を選択したほうが、実用化を想定した場合は好ましい。

前述したが、陽極側海水に含まれる高濃度の次亜塩素酸は、実際の飼育海水に含まれるアンモニアとの脱

アンモニア反応で消費されて低減されるが、飼育魚にとって影響のない濃度まで下げるために活性炭槽を通し、更に分離前（電解前）のpHに戻すために陰極水と混合されてから飼育水槽に戻されることになる。

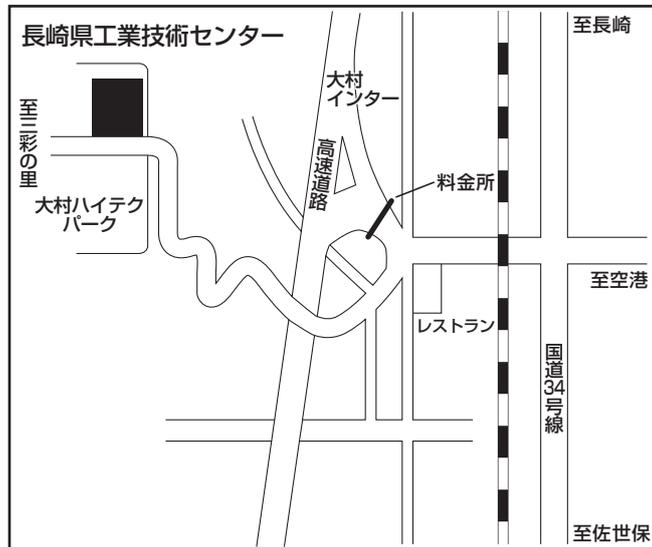
本年度の研究では、コンピュータシミュレーションによる電解槽内の流れの解析を実施した。このシミュレーションによる電解槽内の流れの解析では、ほぼ実験結果を再現できており、今後の電解槽開発に際して有力なツールとして利用出来ることを確認した。

今回の評価で、構造を工夫した電解槽による海水電解によって、養殖海水中に蓄積する二酸化炭素を除去できる可能性が高いことがわかった。今後、装置化に向けた検討を継続する予定である。

参考文献

- [1] 山本光章：養殖、35（6）、50-54（1998）。
- [2] 大脇博樹、山口正美、山本貴弘：長崎県工業技術センター研究報告36、65-66（2007）。
- [3] 大脇博樹、山口正美、山本貴弘：長崎県工業技術センター研究報告37、58-59（2008）。
- [4] 大脇博樹、安元進、岡本昭、山本純弘、山口正美、山本貴弘：長崎県工業技術センター研究報告38、38-42（2009）。
- [5] 閉鎖循環式陸上養殖システムの開発（環境創出型養殖技術）技術資料、マリノフォーラム21、23（2003）。
- [6] 岡本昭、後藤孝二、谷山茂人、橘勝康：長崎県総合水産試験場研究報告36、25-30（2011）。
- [7] R. Sakamoto, D. Horiguchi, T. Ikegami, M. Ishiyama, M. Shiga, K. Sasamoto and Y. Katayama, *Analytical Sciences*, 19, 1445-1447（2003）。
- [8] 大脇博樹、山本純弘：長崎県工業技術センター研究報告39、50-51（2011）。

位置図



- 大村駅より車で10分
- 長崎空港より車で13分
- 大村ICより車で3分

発行日：平成23年9月9日

発行所：長崎県工業技術センター

〒856-0026 大村市池田2丁目1303番地8

TEL 0957-52-1133

FAX 0957-52-1136

ホームページ <http://www.pref.nagasaki.jp/kogyo/>

森林を保護し、地球温暖化を防止するため、
古紙パルプ配合品を使用しています。