

平成23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.41

長崎県工業技術センター

INDUSTRIAL TECHNOLOGY CENTER OF NAGASAKI

目 次

1.	県内資源を活用した加工食品の開発 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～ 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 榭 原 隆 三 長崎国際大学 薬 学 部 講 師 野 嶽 勇 一 食品製造企業 5 社	1
2.	有色ばれいしょの加工食品 7 食品・環境科 主任研究員 玉 屋 圭 食品・環境科 主任研究員 芋 川 あゆみ 農林技術開発センター 食品加工研究室 室 長 西 幸 子 農林技術開発センター 食品加工研究室 主任研究員 濱 辺 薫	7
3.	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 樹 電子情報科 主任研究員 田 中 博	11
4.	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 専門研究員 田 口 喜 祥	15
5.	機械加工技術の効率化・高精度化のための研究 17 ～工作機械の高精度化システムの開発と機種依存性を考慮した NC 生成システムの構築および、 CAD/CAE を用いた解析技術の高度化～ 機械システム科 主任研究員 小 楠 進 一 長崎大学大学院工学研究科 准 教 授 矢 澤 孝 哲 (協力機関) 九州連携 C A E 研究会	17
6.	高性能な「糖・酸度計」の実用機開発 23 電子情報科 専門研究員 下 村 義 昭	23
7.	環境変動に対応した移動システムの開発 25 電子情報科 主任研究員 堀 江 貴 雄 電子情報科 科 長 指 方 顕 樹 協和機電工業株式会社 事業開発部電子技術プロジェクト グループ長 酒 井 寿 美 雄 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 九州工業大学情報工学部機械情報工学科 准 教 授 田 中 和 明	25
8.	食品に含まれる微生物の簡易検出装置の開発 31 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	31
9.	金属配線パターン直接描画法の開発 35 ～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	35

10. DLC 膜形成技術開発と精密産業への展開	39
<div style="text-align: right; padding-right: 20px;"> 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 </div>	<div style="text-align: left;"> 馬場 恒 明 古 田 英 司 W. Ensinger </div>
11. 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	43
<div style="text-align: right; padding-right: 20px;"> 工業材料科 科 長 </div>	<div style="text-align: left;"> 瀧内 直 祐 </div>
12. 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3報）	47
<div style="text-align: right; padding-right: 20px;"> 工業材料科 主任研究員 </div>	<div style="text-align: left;"> 重光 保 博 </div>
13. ポリイミド樹脂の高機能化とフィルム基板への応用	51
<div style="text-align: right; padding-right: 20px;"> 工業材料科 主任研究員 佐世保工業高等専門学校 </div>	<div style="text-align: left;"> 市瀬 英 明 古川 信 之 </div>
14. 県産地域資源を活用した調味料素材の開発	53
<div style="text-align: right; padding-right: 20px;"> 食品・環境科 主任研究員 食品・環境科 主任研究員 食品・環境科 研 究 員 </div>	<div style="text-align: left;"> 玉屋 圭 芋川 あゆみ 前田 正道 </div>

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
 長崎国際大学 薬 学 部 講 師 野 嶽 勇 一
 食品製造企業 5 社

長崎県産の発酵食品や農産物から植物性乳酸菌 623 株及び酵母 132 株を分離し、得られた菌の食品に寄与する機能（機能性、保存性、呈味性）を調べることで有用微生物を獲得した。また、得られた有用微生物を活用し、長崎県大村市特産の黒田五寸人参のジュースを更に機能性に優れたものできないかという観点から、乳酸発酵人参ジュースの試作を行った。官能試験と機器分析の結果から味、香りに優れた果実由来の *Lactobacillus plantarum* SK-40 で製造し、さらにアミノ酸や抗酸化作用を調べることで製品の特徴を見出し、商品化に至った。

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・香気成分、抗菌成分を生産する有用な微生物を探索した。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、品質の安定化を図った。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った。

2. 実験方法

2.1 乳酸菌培養液のアミノ酸分析

試作で使用する表1の19株について、その培養液のアミノ酸分析を行った。培養液はMRS培地5mlに菌を添加し、37℃、48時間嫌気条件下で培養したものを0.22µmのフィルターでろ過した後、アミノ酸分析装置JLC-500(日本電子社製)に供した。

表1 試作に使用した乳酸菌

No.	分離源	特徴
1	漬物(古漬)	乳酸生産量が多い
2	漬物(古漬)	抗酸化能が高い
3	漬物(白菜漬)	抗酸化能が高い
4	漬物(キムチ)	抗酸化能が高い
5	漬物(浅漬)	抗酸化能が高い
6	果物(イチジク)	抗酸化能が高い
7	果物(カキ)	乳酸生産量が少なく、リンゴ酸を全て消費
8	果物(カキ) SK-37	乳酸生産量が比較的多い
9	果物(カキ) SK-38	抗酸化能が高い
10	果物(カキ) SK-40	乳酸生産量が比較的多い
11	漬物(浅漬)	乳酸生産量、抗酸化能ともに高い
12	漬物(古漬)	抗菌性が見られる
13	漬物(床漬)	抗酸化能が高い
14	漬物(糠漬)	乳酸生産量が比較的多い
15	醤油もろみ	乳酸生産量に対しリンゴ酸消費量が少ない
16	米麴	抗酸化能が高い
17	米麴	乳酸生産量が比較的多い
18	焼酎粕	乳酸生産量が多く、リンゴ酸消費量が少ない
19	焼酎粕	乳酸生産量が多い

2.2 乳酸発酵人参ジュースの試作試験

2.2.1 使用乳酸菌のスクリーニング試験

得られた乳酸菌の中から特長を有している表1の乳酸菌19株で試作(1次スクリーニング)を行った。試作は黒田五寸人参汁 100 ml(酸化防止のためビタミンCを添加)に各乳酸菌を添加し、37℃、48時間嫌気条件下で培養したものを官能試験で評価した。高評価の菌株で再度試作し、味、香りの評価が最も高く、pHの低下も十分な菌株を製造に使用することとした(2次スクリーニング)。

2.2.2 発酵条件検討

発酵条件の検討はpHを指標に、①乳酸菌添加量、②温度について行った。

①MRS培地 0.1、1、10 mlで前培養した乳酸菌、SK-40を5,000 × gで遠心し、上清を除去した後、生理食塩水で菌体を洗浄した。洗浄を再度行い、少量の純水に懸濁させ、黒田五寸人参汁 100 mlに添加した。30℃、好気条件下に静置し24時間後のpHを測定した。

②黒田五寸人参汁100 mlに1% (v/v) のMRS培地で前培養したSK-40を上記の方法で洗浄し、添加した。温度は15、20、25、30、37℃に設定し、好気条件下で静置培養した。製品として必要とされるpH 4.0以下になるまで発酵を続けた。

2.2.3 プラントスケール試験

(株)バイオジェノミクスにおいて、殺菌を行った黒田五寸人参汁に1/100培養液量の菌を添加し、30℃で発酵を行った。発酵したジュースを(有)シュシュにおいて調製、殺菌、瓶詰めした。

2.3 乳酸発酵人参ジュースの成分、味及び香り分析

2.3.1 有機酸分析

測定にはHPLC Waters 660、Waters 431電気伝導度検出器(Waters社製)を用いた。カラムはOrganic Acid 7.8 × 300 mm(Waters社製)を2本つなぎ、温度は50℃、移動相は5 mM p-トルエンスルホン酸水溶液、感度を向上させるための緩衝液は100 mM EDTA・2Na、20 mM Bis-Trisを含む5 mM p-トルエンスルホン酸水溶液で流速は共に0.8 ml/minとした。試料は遠心分離し(10,000 × g、10分間)、上清を純水で10倍希釈した。0.22 μmのフィルターでろ過した後、測定に供した。

2.3.2 遊離アミノ酸分析

試料2.5 mlにエタノール7.5 mlを加えて攪拌し、抽

出した後、遠心分離により上清を得た。溶媒を乾固させたものをWaters AccQ-Tag法に供し、遊離アミノ酸を測定した。

2.3.3 味認識装置及び官能試験による分析

味の測定には、試料を3倍希釈したものを用いた。比較対象として、既存の黒田五寸人参ジュースを用い、測定に供した。本測定にはインテリジェントセンサーテクノロジー社製の味認識装置TS-5000Zを用い、酸味、旨味、塩味、苦味、渋味、旨味コク、苦味雑味、渋味刺激の8種の味を測定した。

2.3.4 におい識別装置による分析

試料10 mgをにおい識別装置測定用バッグに入れ、純窒素封入後、室温で2時間放置した。これをにおい識別装置FF-2A(島津製作所社製)に供した。

2.4 乳酸菌SK-40の同定

乳酸菌SK-40をMRS培地 1 mlで37℃、48時間嫌気培養し、5,000 × gで遠心し菌体を回収した。TEN(TE buffer -0.1 M NaCl)で2回洗浄し、bacteria genomic Prep Mini Spin Kit (GEヘルスケア社製)を用いてTotal DNAを調製した。

16S rRNA をコードする1500 bpの遺伝子は、各0.5 μM の27f primer (forward)、1525r primer (Reverse)を用いて^[1] Takara EX Taq酵素で反応した。反応条件は、ABJ社のサーマルサイクラーモデル9700を用いて①96℃、5分、②96℃、30秒、58℃、20秒、72℃、90秒を30サイクル、③72℃、4分行い、最終的に4℃で冷却した。

反応物を1.5%低融点アガロース(プロメガ社製、タイプLMP)に供し、電気泳動後1500 bpに相当するDNAバンドを切り出した。アガロースからのDNAの溶出はMiniElute Gel Extraction Kit (キアゲン社製)を用いて行った。

得られたDNAの sequence は、BigDye Terminator v3.1 Cycle Sequencing kit (ABJ社製)を用いて、primerはforward側5'より27f、fE1L、f2L、f2L'、f3L、f4Lの6種類、一方Reverse側は5'より1525r、r4L、r3L、r2L'、r1L、rE1Lの6種類を使用した^[1]。反応条件は、①96℃、2分、②96℃、10秒、50℃、5秒、60℃、4分を25サイクル、③4℃で冷却した。

反応物をエタノール沈殿、Hi-Di Formamide 溶解、熱処理を行い、サンプルをGenetic Analyzer 310 (ABJ社製)に供した。ForwardおよびReverseからの配列を

各々繋ぎ、GenetexソフトウェアによりReverse配列をcomplementary配列に置き換えてForward配列と一致するのを確認した。

最終的に決定したDNA配列を基にDNA Data Bank of Japan (DDBJ) のBlastを用いてホモロジー検索することにより菌株の同定を行った。

3. 結果及び考察

3.1 乳酸菌培養液のアミノ酸含有量

乳酸菌培養液の主なアミノ酸含有量を図1に示した。旨味成分であるグルタミン酸を産生する菌株が見られ、これらの菌は呈味性に寄与することが考えられる。

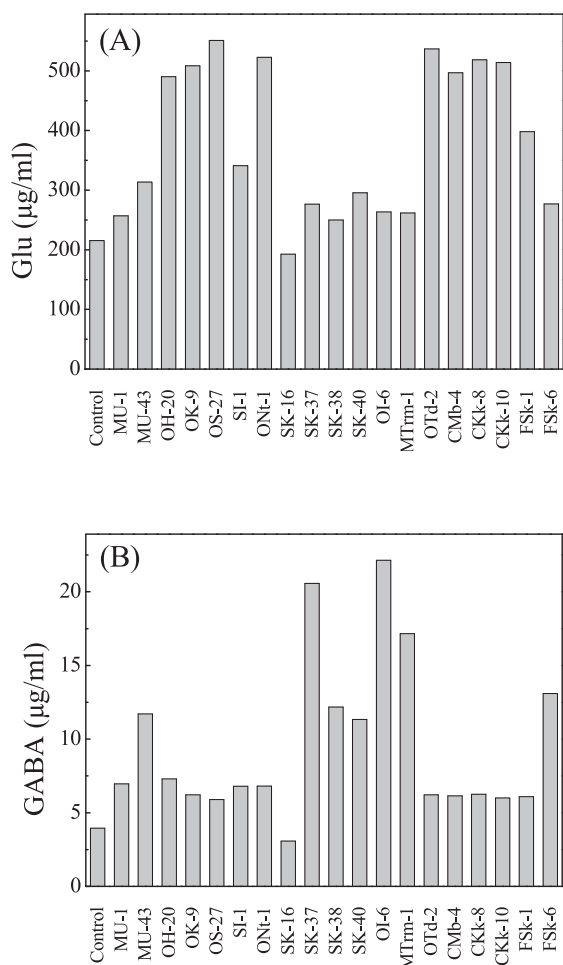


図1 乳酸菌培養液の主なアミノ酸量

(A) グルタミン酸、(B) γ -アミノ酪酸

一方、そのグルタミン酸を消費して γ -アミノ酪酸(以下GABA)を産生している菌株があることが示唆された。GABAの作用としては血圧降下作用^[2]やリラックス効果^[3]等が報告されている。これらの菌株は旨味を低減させる代わりに機能性を付加した食品開発への利用が期待される。

3.2 乳酸発酵人参ジュースの試作試験

1次スクリーニングでは、人参の風味が活きていることを基準とした。試作品の香りは分離源に似ているという官能評価が多く、人参ジュースとしては不快臭に感じるものが見られた。そのなかで、果物のカキから分離された乳酸菌で発酵したものは、香りがフルーティーで酸味とのバランスがよいという評価が多かったことからSK-37、SK-38、SK-40を選んだ。2次スクリーニングでは既存のクエン酸を添加した人参ジュースと比較した。味、香りが近いという観点から、最終的にSK-40に決定した。

発酵条件検討は、まず、各量の乳酸菌を加え24時間以内にpH 4.0以下になるかを確認した。前培養液1 ml、1% (v/v)以上添加したときpH 4.0を示したことから、乳酸菌の添加量は本培養時の1/100以上と決定した。温度条件検討の試験結果は図2に示す。25℃以下ではpHの低下に48時間程度かかり、15℃ではpH 4.0以下に低下しなかった。初期段階にpHがまったく低下しておらず、pHが低下し始めてからの低下速度に大きな差がないことから、菌の増殖速度に温度の影響が大きいことが示唆された。また、30℃と37℃を比較したところ、pH変化に大きな差がなかったことから発酵温度は30℃以上とした。

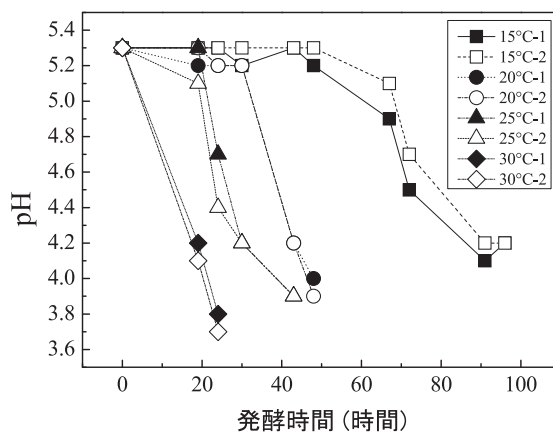


図2 各温度における発酵時間とpHの変化

プラントスケールでの試作及び製造は図3の(株)バイオジェノミクスの発酵タンクを用いて行った。試作時及び製造時のpH変化を図4に示す。各回とも安定して24時間以内にpH 4.0以下に低下し、48時間程度でpH 3.6前後まで低下している。また、官能評価で味・香りとも問題なく安定して製造できることが実証できた。

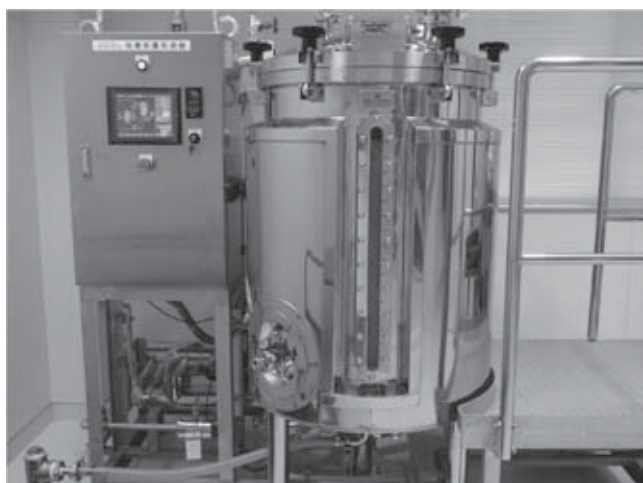


図3 発酵タンク

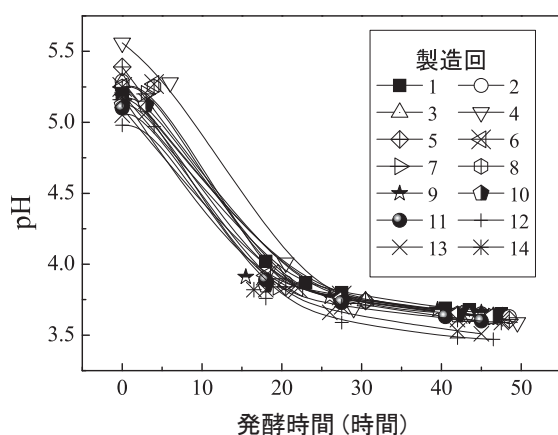


図4 各製造時の発酵時間とpHの変化

3.3 乳酸発酵人参ジュースの成分分析結果と味、香り分析の官能検査との比較

乳酸発酵人参ジュースの主な有機酸及びアミノ酸分析結果を表2及び表3に示す。試作品中の有機酸について、クエン酸は加えていないため値が低く、乳酸は乳酸発酵により十分量増えている。また、甘味や旨味を呈するアラニンやグルタミン酸が2倍量に、GABAも1.5倍量に増えていることが明らかになった。

次に味認識装置による分析結果を図5に示す。数値は従来品を基準とした場合の差を示している。従来品と比較すると先味(食品を口に含んだ瞬間の味)である苦味雑味と渋味刺激の値が上昇していた。一方で官能評価では「人参風味が減少している」、「まろやか」という意見が多く、乳酸発酵により強くなった苦味雑味と渋味刺激が人参独特のくせを軽減し、先味の強さが後味のまろやかさにつながっているのではないかと考えられた。

表2 乳酸発酵人参ジュースの有機酸量

有機酸 (mg/100 ml)	従来品 (クエン酸添加)	商品
クエン酸	433	18
リンゴ酸	189	85
乳酸	0	619
酢酸	0	14

表3 乳酸発酵人参ジュースの遊離アミノ酸量

アミノ酸 (mg/100 ml)	従来品 (クエン酸添加)	商品
アラニン	12.0	23.8
グルタミン酸	4.7	10.7
アスパラギン酸	5.4	6.2
GABA	6.9	10.4

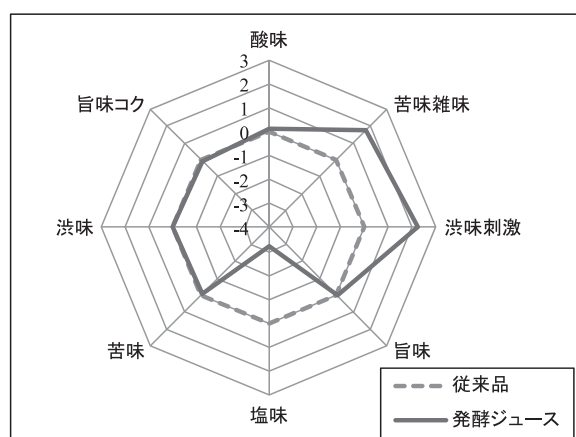


図5 味認識装置による乳酸発酵人参ジュースの分析結果

におい識別装置の分析結果は図6に示す。数値は従来品を基準とした場合の差を示している。有機酸系やエステル系に比較的差が出ている。クエン酸や乳酸は揮発性が低いため、それらの成分の増減よりは乳酸発酵により産生された他の香りによる影響が大きいと考えられる。

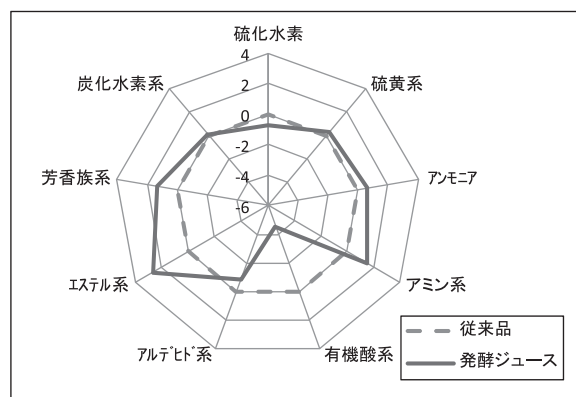


図6 におい識別装置による乳酸発酵人参ジュースの分析結果(類似度)

3.4 乳酸菌SK-40の同定

SK-40株から得られた16S rRNAをコードする遺伝子の塩基配列を調べた結果、1560 bpであることがわかった。その配列を基にホモロジー検索を行った結果、*Lactobacillus plantarum*の配列と100%一致することから同菌であることが判明した。

4. 結 言

これまでに行ってきた乳酸菌培養液の有機酸分析、抗酸化能分析^[4]に加え、アミノ酸分析を行うことでより有用な乳酸菌の獲得に至った。さらに、(有)シュシュ、(株)バイオジェノミクス、当センターとの共同研究により、獲得した乳酸菌を用いて黒田五寸人参を乳酸発酵させた新商品「黒田五寸人参プレミアム！」(図7)を開発し、その特長を見出すことができた。

本商品は第43回 長崎県特産品新作展(農産加工・酒・飲料品部門)で最優秀賞を受賞し、地域資源、県内資源を活かした商品として、今後さらなる展開が期待される。

当センターでは平成24年度以降、「長崎乳酸菌ライブラリーを活用した加工食品の開発」として引き続き乳酸菌の研究に取り組み、乳酸菌をより製造に使いやすい体制を整えるとともに新製品開発へとつなげていく。

参考文献

- [1] 篠田吉史、加藤暢夫、森田直樹：島津評論, Vol. 57, No. 1・2, pp. 121-132 (2000)
- [2] 梶本修身ら：日本食品科学工学会誌, Vol. 51, No. 2, pp. 79-86 (2004)
- [3] 岡田忠司ら：日本食品科学工学会誌, Vol. 47, No. 8, pp. 596-603 (2000)
- [4] 河村俊哉ら：長崎県工業技術センター研究報告, Vol. 40, pp. 1-3 (2010)

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及び製造のアドバイス等をいただいた県内食品製造企業5社の皆様、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榊原隆三教授、野嶽勇一講師を始め関係する方々に深くお礼を申し上げます。



図7 黒田五寸人参プレミアム！
左：720 ml、右：180 ml

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
	食品・環境科	主任研究員	芋川	あゆみ
農林技術開発センター	食品加工研究室	室長	西	幸子
農林技術開発センター	食品加工研究室	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。また、ポリフェノールなどの有用成分を測定したので報告する。

1. 諸言

平成20年のばれいしょの国内生産量は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361万トンであるが、輸入品がそのうち87万トンを占め、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、加工及び調理特性の高い「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、21年2月に新品種として登録された^[2]。

西海31号は①楕円形で目が浅くて形崩れが少なく、外観が良い、②赤皮赤肉である、③デンプン価が14%台と高く、ポテトチップなど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。また、ポリフェノールなどの有用成分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平成22年秋作及び23年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、アイユタカ、有色ばれいしょとしてノーザンルビーを用いた。

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を加え、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100 gあたりのクロロゲン酸相当量として算出した。また、クロロゲン酸の測定は逆相HPLCにより行った。測定はWaters UPLCシステムで行った。カラム; Waters ACQUITY UPLC BEH C18カラム (直径2.1 mm \times 100 mm)、流速; 0.3 ml/min、測定波長; 280 nm、溶離液; 20%メタノール/0.05%リン酸

⑤ 総アントシアニン量の測定

総アントシアニン量は520nmでの吸収を測定する方法^[5]により算出した。乾燥粉末0.5g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100 gあたりのシアニジン-3-グルコシド相当量として表示した。

⑥ アミノ酸の測定

ばれいしょ粉末0.5 gに対して、75%エタノール10 mlを加えて攪拌した後、遠心分離し、上清を得た。残渣に再度75%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。本溶液を0.5 ml採取し、乾固させたものを Waters AccQ-Tag法 (Waters社)に供し、アミノ酸を測定した。

3. 実験結果

① DPPHラジカル消去活性

表1に、平成22年秋に収穫された西海31号及びニシユタカのDPPHラジカル消去活性を示した。西海31号は6.9～13.4 (平均9.3) $\mu\text{mol-Trolox/g}$ 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) $\mu\text{mol-Trolox/g}$)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 平成22年秋作のDPPHラジカル消去活性 ($\mu\text{mol-Trolox/g}$ -乾燥重量)

No.	西海31号	ニシユタカ
1	13.4	3.4
2	7.8	5.1
3	8.9	2.9
4	9.6	5.0
5	6.9	3.7
Mean \pm SD	9.3 \pm 2.4	4.0 \pm 1.0

また、表2には平成23年春に収穫された2品種、そして31号と同じ有色品種であるノーザンルビーのDPPHラジカル消去活性を示した。西海31号は22年秋作と同様に、14.3～17.3 (平均16.0) $\mu\text{mol-Trolox/g}$ 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 (5.3～7.5 (平均6.5) $\mu\text{mol-Trolox/g}$)と比較すると、やはり2倍以上の活性を有していることが示された。一方、ノーザンルビーのラジカル消去活性は平均15.6 (13.7～19.4) $\mu\text{mol-Trolox/g}$ であり、西海31号とほぼ同等の値を有していた。ノーザンルビーは抗酸化、抗インフルエンザ活性などの数々の健康機能が明らかにされている品種^[6]である。西海31号は、機能性を有するノー

ザンルビーと全く同等のラジカル消去活性を有していたことから、健康機能を期待できるものと考えられる。

表2 平成23年春作のDPPHラジカル消去活性 ($\mu\text{mol-Trolox/g}$ -乾燥重量)

No.	西海31号	ニシユタカ	ノーザンルビー
1	16.2	7.0	19.4
2	15.7	5.5	14.8
3	14.3	5.3	13.7
4	16.7	7.5	14.4
5	17.3	7.4	-
Mean \pm SD	16.0 \pm 1.1	6.5 \pm 1.1	15.6 \pm 2.4

② 総ポリフェノール量の測定 (mg/100 g-乾燥重量)

西海31号及びニシユタカの総ポリフェノール量を表3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。

表3 平成22年秋作の総ポリフェノール量 (mg/100 g-乾燥重量)

No.	西海31号	ニシユタカ
1	332	197
2	302	154
3	643	130
4	358	172
5	483	165
Mean \pm SD	424 \pm 134	164 \pm 24

22年秋作の西海31号は平均424 mg/100 g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検討したところ、直接の相関関係は認められなかった。

また、表4には平成23年春に収穫された3品種の総ポリフェノール量を示した。西海31号は平均769 mg/100 gと22年秋作と同様に高い含量を有していた。比較対照であるニシユタカ (378 mg/100 g)と比較すると、ちょうど2倍の含量を有していた。一方、ノーザンルビーの含量は平均797 mg/100 gであり、西海31号とほ

ほぼ同等の値を有していた。

表4 平成23年春作の総ポリフェノール量
(mg/100 g-乾燥重量)

No.	西海31号	ニシユタカ	ノーザンルビー
1	787	447	908
2	746	332	761
3	634	358	723
4	910	380	824
5	766	373	-
Mean±SD	769±51	378±15	797±37

③ アントシアニン量の測定

次に、西海31号の特徴である赤色を示すアントシアニン量を測定した。酸溶媒を用いて31号からアントシアニンを抽出し、総量を測定した結果(表5)、85～164 mg/100 g (平均125)であった。高いアントシアニン含量を示したサンプル①は、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。この結果から、西海31号に含まれるアントシアニンと抗酸化性には関連があるものと考えられた。

表5 平成22年秋作の総アントシアニン量
(mg/100 g-乾燥重量)

No.	西海31号
1	164
2	131
3	114
4	131
5	85
Mean±SD	125±29

23年春作についてもアントシアニン量を測定した結果(表6)、31号は147～250 mg/100 g (平均190)であった。同じ赤肉品種であるノーザンルビーについても検討した結果、183～269 mg/100 g (平均218)であり、平均値で比較すると西海31号とほぼ同等であった。

ノーザンルビーなどの有色ばれいしょに含まれるアントシアニンは、培養ヒト胃がん細胞のアポトーシス誘発、抗インフルエンザ活性、アンジオテンシンI変換酵素阻害活性などが報告^[6]されている。今回の検討から、西海31号は他の有色ばれいしょと同等のアントシアニン量を含んでいることが判明し、31号も優れた機能性を有する素材であることが推測された。

表6 平成23年春作の総アントシアニン量
(mg/100 g-乾燥重量)

No.	西海31号	ノーザンルビー
1	192	269
2	186	196
3	173	183
4	250	222
5	147	-
Mean±SD	190±38	218±38

④ クロロゲン酸の測定

西海31号が高いポリフェノール含量を示したことから、ポリフェノールの一種であり、抗酸化性^[7]を有するクロロゲン酸含量を測定した。まず、22年の秋作について測定した結果(表7)、132～227 mg/100 g (平均180)であった。アントシアニンと同様に、サンプル①は高いクロロゲン酸含量を示しており、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、クロロゲン酸量と抗酸化性に関連があるものと考えられた。

表7 平成22年秋作のクロロゲン酸量
(mg/100 g-乾燥重量)

No.	西海31号	ニシユタカ
1	227	25
2	166	36
3	186	27
4	189	26
5	132	27
Mean±SD	180±35	28±4.4

さらに、23年春作の西海31号、ニシユタカ、ノーザンルビーについて同様に測定を行った。その結果(表6)、31号は高いクロロゲン酸含量(338 mg/100 g)を有しており、ニシユタカ、ノーザンルビーよりも高含量であることが判明した。抗酸化成分であるクロロゲン酸を多く含む西海31号は抗酸化性を有する食品素材であることが推察された。その一方で、クロロゲン酸は自身が酸化されるために、一般的に高含量の食品は褐変を起こしやすい。検討の結果、他の品種よりも高含量であることが判明した西海31号は褐変を起こしやすい農産物であることが予想される。従って、ペースト、乾燥フレークなどの一次加工素材を製造する際は、加

熱、アスコルビン酸などの酸化防止剤を含む溶液への浸漬などの前処理をあらかじめ行う必要があるものと考えられた。

表8 平成23年春作のクロロゲン酸量
(mg/100 g-乾燥重量)

No.	西海 31 号	ニシユタカ	ノーザンルビー
1	302	32	302
2	337	16	223
3	261	13	190
4	419	15	213
5	371	23	-
Mean ± SD	338 ± 61	20 ± 7.8	232 ± 49

⑤ アミノ酸含量の測定

呈味性や種々の健康機能を有するアミノ酸を測定した結果、旨味を有するグルタミン酸は西海31号で最も高い結果 (308 mg/100 g) であった。また、1日につき12 mgの摂取により血圧低下作用を示すことが報告^[8]されているγ-アミノ酪酸は、31号については142 mg/100 gを有していたが、他品種よりも低値であった。

また、18種のアミノ酸総量を算出したが、ノーザンルビーで最も高い値が認められ、31号ではその半分程度であった。

表9 平成23年春作のアミノ酸量
(mg/100 g-乾燥重量)

アミノ酸種類	西海 31 号	ニシユタカ	ノーザンルビー
グルタミン酸	308	213	233
γ-アミノ酪酸	142	208	366
アミノ酸総量	2402	3131	4189

4. まとめ

- ・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、従来品種のニシユタカよりも高い活性を有することが明らかとなった。さらに、同じ有色品種であるノーザンルビーと比較したところ、ほぼ同等の活性を有していた。
- ・西海31号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やクロロゲン酸と関連がある可能性が示唆された。
- ・H23産の春作ばれいしょについてアミノ酸を測定した結果、西海31号は旨味成分であるグルタミン酸を他品種よりも多く含んでいた。しかしながら、機能性成分であるγ-アミノ酪酸についてはノーザンルビー、ニシユタカがより多くの含量を示した。

本研究は長崎県試験研究機関戦略プロジェクトとして、長崎県工業技術センター、長崎県総合農林試験場東彼杵茶業支場(中核機関)が参画して研究推進を行った。

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: 赤肉パレイショ新品種「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)
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218-223、光琳
- [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] 津久井亜紀夫: 有色馬鈴薯の加工利用技術の開発、アントシアニンの科学 267-285、健帛社
- [7] 三好隆行: ポテトチップス中の抗酸化成分について、日本調理科学会誌39 (5)、277-282 (2006)
- [8] 梶本修身: GABA含有はっ酵乳製品の正常高値血圧者に対する降圧効果 51 (2)、79-86 (2004)

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）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る。このため、水分ストレスによる緑葉の分光特性（葉色）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、その結果から簡便に水分ストレスを推定する機能とする。

この報告では、主に、平成22年度に開発した評価用試作機（離れた対象物の分光特性を走査・取得して水分ストレスを推定する装置）を用いて圃場におけるみかん樹の測定実験を行い、その性能評価を行った。この結果、まず、取得された分光特性の並びから、樹木赤道部の平均の緑葉分光特性が得られることを確認した。そして、圃場における緑葉分光特性の計測にこの装置を継続して使用することで、水分ストレスの物理的指標である水ポテンシャル推定を試みたところ、評価用試作機で取得した緑葉分光特性から、予測標準誤差；SE P = 0.12MPa、決定係数； $R^2 = 0.50$ で水ポテンシャルの推定が可能であることを確認した。

1. 緒 言

果実育成期間中の水分ストレスを適切に管理すれば収穫果実の糖度を増すことができるため、高品質果実の生産では水分ストレスを指標とした灌水管理が行われる^[1]。このため、水分ストレスによる葉色の変化に着目した^{[2], [3]}、簡易な水分ストレス計の開発を進めている^[4]。

この報告では、既に試作開発された小型・軽量の樹木緑葉分光特性取得装置^[4]を用いて、水分ストレス推定の元となる樹木赤道部の緑葉分光特性を抽出した^[5]。そして、得られた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継続して比較評価することで、樹木赤道部の緑葉分光特性による水分ストレスの推定を試みた^[5]。

2. 実験方法

評価実験は、長崎県農林技術開発センター果樹研究部門が管理する、ウンシュウミカンの試験圃場で行った。品種は原口早生である。

2.1 樹木緑葉分光特性取得装置

図1は樹木緑葉分光特性取得装置を使用している様子である。この装置は小型可搬型のものであり、昼間、太陽光の下で、樹木から一步引いた場所で、樹木赤道部（枝葉の茂った部分）に向けてゆっくりと装置を転回すれば、一連の分光特性の並びを取得することができる。



図1 圃場実験の様子

2.2 樹木赤道部の緑葉分光特性の抽出

取得される分光特性の並びには、目的とする緑葉のものだけではなく、枝や果実のものも含まれる。

このため、まず分光特性の並び全体の平均特性を算出する。つぎにこの平均特性を基準と考えて、並びに含まれる個々の分光特性の残差を評価し、基準から最も外れている分光特性を一つ削除する。さらにこれらの処理を、個々の残差が特定の閾値以下になるまで繰り返す。そして残ったものを緑葉分光特性と判断する。

2.3 緑葉分光特性と水ポテンシャルとの関係

水ポテンシャルは、深夜、長崎県農林技術開発センターによって、測定されたものを用いた。

緑葉分光特性は、水ポテンシャルが測定された同日あるいは翌日の昼間、雨天を避けて樹木緑葉分光特性取得装置を用いて測定した。

測定された分光特性を用いた水ポテンシャルの推定評価には重回帰分析を用いた。そして、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

測定は、2011年7月上旬から同年11月上旬の約4月間、ほぼ10日間隔で実施した。

3.1 樹木赤道部の緑葉分光特性

図2は樹木赤道部を走査した結果例であり、この中から特徴的なものを幾つか選定して図3に示している。なお、図3では、後の解析の都合上、近赤外域の値を80%に規格化して表示している。また図3には、ランダムに選択した緑葉と果皮について、接触式で測定した分光特性も併せて表示している。

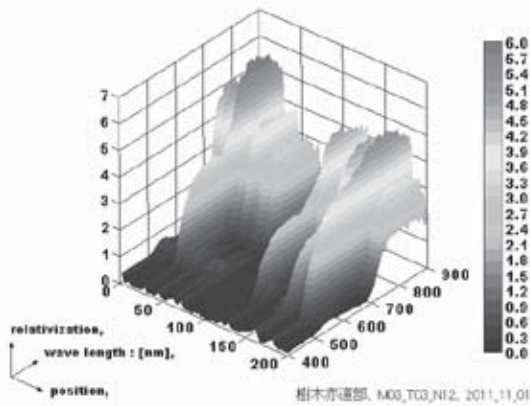


図2 分光特性の並び

図3から、樹木緑葉分光特性取得装置による測定で得られる分光特性には、緑葉の分光特性(接触式)に酷似するものや、果皮のそれと類似するものがあること、などが確認できる。このことは、走査によって得られた一連の分光特性それぞれについて特徴を比較判断すれば、それが緑葉を捉えたものか、そうでないものかが判断できることを意味している。

図4は、前述の手順に従って緑葉分光特性と判断されたものの平均特性を例示している。またこの図には、接触式で測定した緑葉分光特性も併せて示している。この図をみれば、得られた平均特性が、接触式で測定した緑葉分光特性と良く一致することが確認できる。

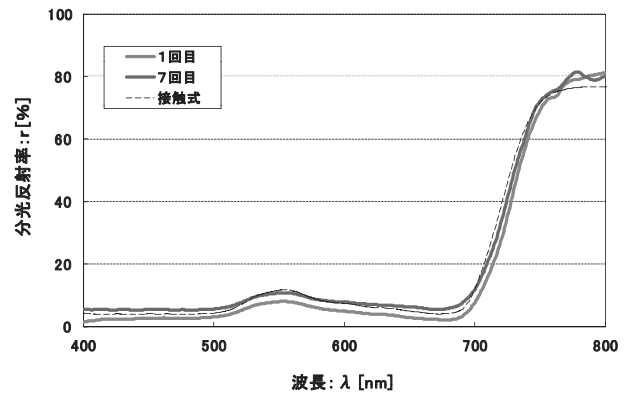


図4 樹木赤道部の緑葉分光特性

3.2 緑葉分光特性と水ポテンシャルとの関係

図5は、水ポテンシャルと緑葉分光特性との関係性を評価したものである。なお、図中、黒色で示した測定点は樹木緑葉分光特性取得装置による推定値であり、灰色で示したプロットは、水ポテンシャルを測定したサンプル葉を接触式で測定した結果によるものである。

解析評価の結果、予測標準誤差はSEP=0.20MPaであったが、決定係数はR2=0.44であり、あまり良い相関関係とは言い難い結果であった。

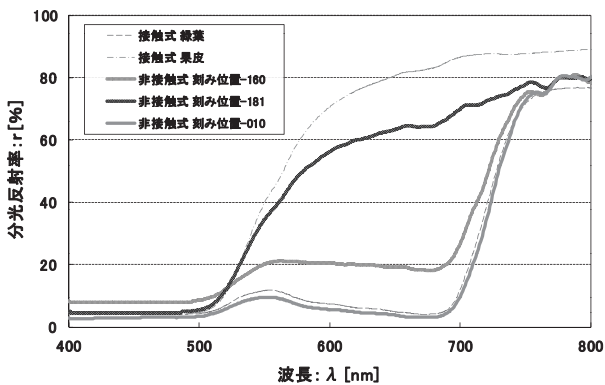


図3 特徴的な分光特性

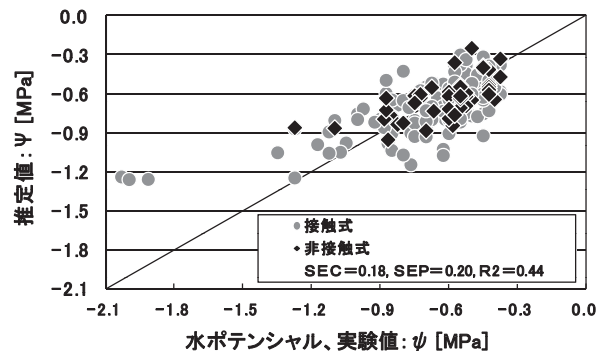


図5 水ポテンシャルとの関係

このことは、緑葉分光特性と水ポテンシャルとの間に、ある程度の相関関係が存在するものの、両者が一対一に対応していないことが原因と考えられる。図6は、試験圃場内のある試験区について、実測値と推定値の推移を示したものである。この図から、9月中旬に水ポテンシャル実測値が急激に低下して再び上昇している箇所があるのが見て取れる。しかしこのとき、水ポテンシャル推定値はこの変化に追従していない。これは、水ポテンシャルが時々刻々変化する水分ストレス状態を表すのに対し、分光特性は、水分ストレスの影響を受けてクロロフィルの合成などに影響が生じ、その結果、変化を起こすためである。このため、緑葉分光特性は時間的に応答が遅く、急激な水ポテンシャルの変化を捉えることができないものと考えられる。

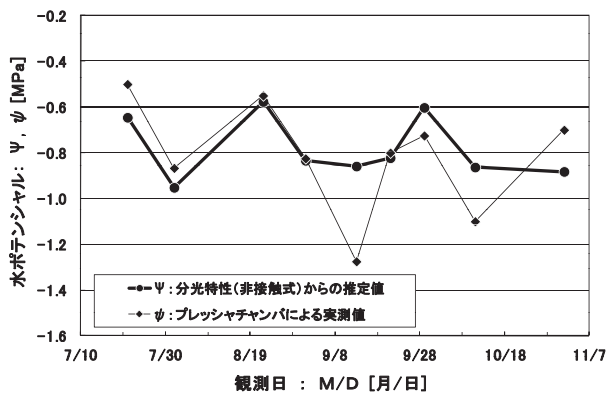


図6 水ポテンシャル推定値の推移

従って、このように水ポテンシャルが急激に変化して相関性を悪化させている測定点を削除し、再度、相関性の評価を試みたのが図7であり、予測標準誤差は $SEP=0.12\text{MPa}$ 、決定係数は $R^2=0.50$ 、分散比は $F_0=19.29$ であった。なお、この図において、分散比 $F_0=19.29$ が $F_{137}^{7}(0.01)=2.77$ を越えることから、得られた検量線の有意性が認められる。

このように、相関性を下げているデータを削除したことによって測定点の広がり狭くなったが、 SEP が改善(減少)し、決定係数についても $R_2=0.44$ が $R^2=0.50$ となり、若干ではあるが相関性が向上している。

結果として、図5あるいは図7から、樹木緑葉分光特性取得装置で測定した樹木全体の緑葉分光特性を利用することで、みかん樹の水分ストレスの物理的指標である水ポテンシャルを評価することが可能であるこ

とが示唆される。

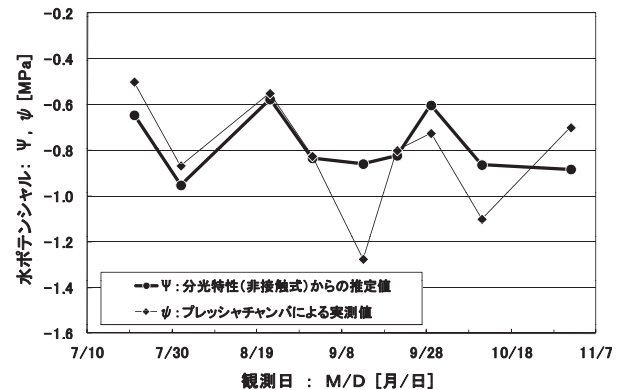


図7 大きな推定誤差を生じる測定データを省いた場合の水ポテンシャルとの関係

4. 結言

この報告では、まず、取得された分光特性の並びから、樹木赤道部の緑葉分光特性が得られることを確認した。そして、みかん樹赤道部の緑葉分光特性を測定して、水分ストレスの推定を試みた。この結果、水分ストレスに対する時間的応答性については問題があるが、試作した装置で取得された分光特性を用いれば、予測標準誤差; $SEP=0.12\text{MPa}$ 、決定係数; $R^2=0.50$ の精度で水ポテンシャルを推定できることも確認した。

この研究の大きな目的は、果実栽培における灌水管理の定量化や簡単化である。従って今後は、推定した水分ストレスと、収穫された果実の糖度などを比較検証することで、この樹木緑葉分光特性取得装置を、果実栽培における灌水管理の定量化や簡単化などに寄与できる装置として完成させる予定である。

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, 2011. 小型・軽量の樹木緑葉分光特性取得装置の開発, 日本写真測量学会 平成23年度秋季学術講演会発表論文集, pp.171-172.

[5] 兵頭 竜二、2012. 小型・軽量の樹木緑葉分光特性取得装置を用いた樹木水分ストレスの推定, 日本写真測量学会 平成24年度年次学術講演会発表論文集, pp.45-46.

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 専門研究員 田口 喜 祥

機械装置、移動ロボット、農業用ロボットなど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。従来、このような要望に対して、TVカメラの映像による異常判別や、センサでの計測値を基にした異常判別が行なわれていた。一方、人間が機械装置の異常を調べる場合は、目視による観察と同時に、作動音や振動などにも気を配り、総合的に判断して異常診断を行っている。そこで本研究では、画像情報と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23年度には、画像情報と距離情報を複合処理し異常を検出する装置を試作したので報告する。

1. 緒 言

NC工作機械、天井クレーン、移動ロボット、農業用ロボットなど常時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TVカメラによる映像を用いる手法や、特定のセンサを用いて現象を観察する方法が取られている。画像から異常を検出する手法としては、大津により提案された高次自己相関(Higher order local autocorrelation: HLAC)特徴^[1]やこれを動画像に対応できるように拡張した立体高次局所自己相関特徴(Cubic higher order local autocorrelation: CHLAC)特徴^[2]と部分空間法を組み合わせた異常行動検出法が多く使用され、成果を上げている。一方、人間が機械装置の異常を調べる場合、目視による映像情報の監視と同時に、機械の作動音や振動などを観察し、総合的に判断することで正常に動いているか異常状態にあるかを評価している。

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、コンピュータにより複合して処理を行うことで異常を検出し、無線LANや携帯電話による通信を用いて遠隔地に異常通知を行う遠隔監視装置の開発を行うことを目的とする。

平成23年度は、各種センサを複合して処理する装置を開発するため、複合処理プログラムの開発を行った。平成22年11月にマイクロソフト社から発売されたKinectセンサ^[3]は、もともとはゲーム機用のモーションセンサであるが、リアルタイムで画像情報と距離画像情報を取得可能であるうえ、安価に入手できるため、認識用センサやロボット用センサとして使用するための研究が数多くなされている^{[4]-[6]}。そこで、本研究では、開発した複合処理プログラムを、画像情報と距離画像情報を同時に取得できるKinectセンサに適用した遠隔監視装置を試作したので報告する。

2. システム構成

試作したKinectセンサを用いた遠隔監視装置のシステム構成を図1に示す。遠隔監視装置はKinectセンサとパソコン(Windows7 Ultimate 32bit, Intel Core i7 930)で構成されている。Kinectセンサで取得した画像データ(解像度:640×480)および距離画像データ(解像度:640×480)は、USB2.0でパソコンに送られる。パソコンでは画像データおよび距離画像データを複合処理し、異常と判断したらその時点での画像を記録し、あらかじめ設定しておいた携帯電話やスマートフォンなどへ通知を行う。なお、遠隔監視装置のプログラム開発はマイクロソフト社のVisual C# 2010で行い、Kinectセンサの制御はOpenNIライブラリを使用した。

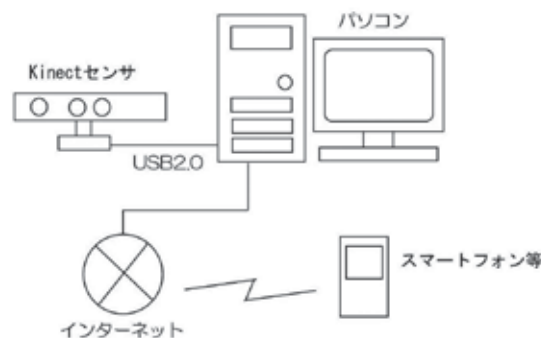


図1 システム構成

3. 監視アルゴリズム

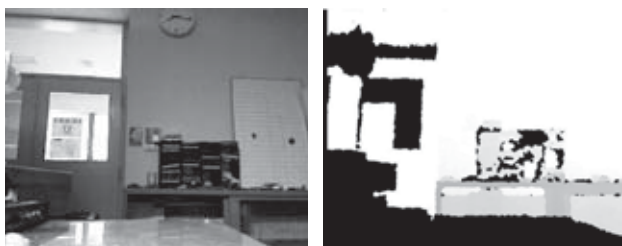
画像データを用いて異常を検出する場合、背景画像の影響や明るさの変化による影響を受ける可能性が高い。距離画像データを用いれば、これらの影響を受けずに対象物を抽出することが可能になると考えられる。しかし、距離画像データのみでは監視対象の形状情報の取得は可能であるが、表面のテクスチャ情報を取得することができない。そこで、本研究では画像データと距離画像データの双方から特徴を抽出し、異常を

監視する複合処理プログラムを作成することとした。

開発当初、画像データ、距離画像データ双方からCHLACを用いてそれぞれ251次元の特徴ベクトルを抽出し、合計502次元の特徴ベクトルから異常の監視を行えないか試みた。しかし、502次元の特徴ベクトル処理の計算量が膨大になり、リアルタイムでの監視を実現するには至らなかった。そこで、動作に関連する情報は距離画像のみからでも取得可能であると考え、距離画像データからCHLACを用いて251次元の特徴ベクトルを抽出し、画像は静止画として処理しHLACを用いて25次元の特徴ベクトルを抽出して解析を行った。まず、Kinectセンサから取得した画像データ、距離画像データを縮小処理した後、それぞれ差分を取り、2値化し、その後、CHLAC特徴とHLAC特徴に基づく276 (251+25)次元の特徴ベクトルを求める。取得した特徴ベクトルを用いて通常動作の部分空間を求めるために主成分分析を行い、直交補空間への射影成分の距離を算出し異常であるかどうかの指標に用いた^[2]。

4. 実験

開発した装置の有効性を確認するために入室管理を対象とした実験を実施した。部屋のドア部分の画像データおよび距離画像データをKinectセンサを用いた監視装置で取得し、入退出の監視を行わせた。ほとんど人の入退出がない状態で装置を動かすことで入退出がない状態を正常値として記憶させた。監視中の画像および距離画像データの例を図2に示す。



(a)画像データ (b)距離画像データ

図2 監視データの例

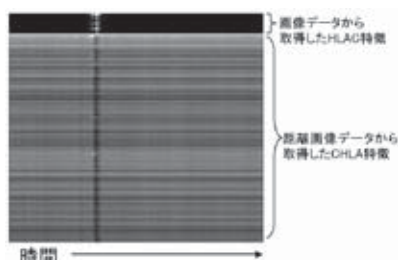


図3 特徴ベクトルのヒストグラム

また、監視中に取得した特徴ベクトルのヒストグラムを図3に示す。なお、この図では縦軸に特徴ベクトル、横軸に時間、濃度で頻度を表している。距離画像データから取得したCHLACヒストグラムの変動が大きいのは対象物の境界で発生するノイズ成分の影響であると考えられる。これらの特徴ベクトルをもとに異常の検出を行った結果を図4に示す。

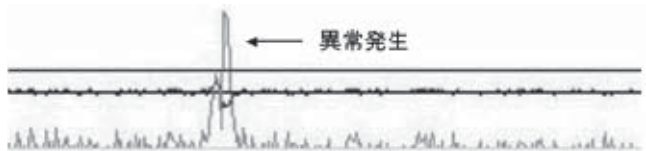


図4 異常検出結果

明るさの変化が激しいと考えられる日没1時間前から日没後の間で連続3時間の監視を行わせた結果、入退出の回数を間違いなく監視可能であった。

5. 結言

機械装置やロボットを監視するために、Kinectセンサを用いた監視装置を試作した。試作した監視装置では、異常を判別するために距離画像データからCHLAC特徴、画像データからHLAC特徴を抽出して異常の検出を行った。距離画像データも併せて評価することで明るさの変化がある場合も、開発した装置が有効に働くことを確認できた。今後、開発した装置を用いて、実際に機械装置などの監視を行わせる予定である。

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", 電子技術総合研究所研究報告, pp.31-45, 1998.
- [2] 南里, 大津, "複数人動画からの異常動作検出", 情報処理, 46(SIG_15(CVIM_12)), pp.43-50, 2005.
- [3] 川西, "Kinect for Windows SDK beta 概要", http://download.microsoft.com/download/0/7/5/07571244-F612-4936-8D0F-E6EE2839C7AE/20110711TF_UX_hiroyuk.PDF, Accessed 2011.
- [4] 栗原, 岡部, 尾内, "Kinectセンサを用いた物探し支援システムの試作", Proceedings of WISS2011, 2011.
- [5] L. Xia, C.-C. Chen, and J. K. Aggarwal, "Human Detection Using Depth Information by Kinect", Proceedings of HAU3D, pp.15-22, 2011.
- [6] 鄭, 石橋, 倉爪, 岩下, 長谷川, "4台のKinectを搭載した全方向計測ロボットによる環境計測", Proceedings of RSJ2011, 103-4, 2011

機械加工技術の効率化・高精度化のための研究 ～工作機械の高精度化システムの開発と機種依存性を考慮した NC 生成システムの構築 および、CAD/CAE を用いた解析技術の高度化～

機械システム科 主任研究員 小 楠 進 一
長崎大学大学院工学研究科 准 教 授 矢 澤 孝 哲
(協力機関)九州連携 C A E 研究会

長崎県は、回転電気機械、ボイラ、鋼製船舶などの出荷額が多い。これらの製品は、県内機械加工業が支えており、この業界の技術支援が重要である。機械加工業の要望を調査したところ、①既存の工作機械を高精度化したい、②既存の工作機械を自動化したい、③独自に工作機械の改造や周辺機器の開発をしたいとの回答を得た。これらの要望に応えるために、(a) 工作機械の高精度化システムの開発、(b) 機種依存性を考慮した NC プログラム生成システムの構築、(c) CAD/CAE を用いた解析技術の高度化を行った。本報では、それぞれの開発結果について報告する。

1. 緒 言

長崎県の主な産業は、輸送用機械、汎用機械、電子部品・デバイスとなっている。品目をみると、回転電気機械、ボイラの部分品、鋼製船舶の船体などの出荷額が全国で1位となっている。

これらの製品は、県内機械加工業が支えており、この業界の技術支援が重要である。機械加工業の要望を調査したところ、①既存の工作機械を高精度化したい、②既存の工作機械を自動化したい、③独自に工作機械の改造や周辺機器の開発をしたいとの回答を得た。

そこで、(a) 工作機械の高精度化システムの開発、(b) 機種依存性を考慮した NC プログラム生成システムの構築、(c) CAD/CAE を用いた解析技術の高度化に関する研究開発を行った。

本報では、それぞれの開発結果について報告する。

2. 工作機械の高精度化システムの開発

例えば、長池^[1]らによる既存の工作機械を高精度化するために、測定プローブの接触圧を低減させて、機上計測を行い、その結果を用いて、加工精度を高める研究などがある。しかし、切削後の工作物の真直度を向上させるといったアプローチは少ない。

一般的に、マシニングセンタの補正としては、ピッチ誤差補正のみが行われている。しかし、コントローラの一部には、ピッチ誤差補正に重畳し機能する真直度補正機能が付加されているものがある。通常のマシニングセンタにおいては、この機能は利用されておらず、真直度補正パラメータの修正方法もエンドユーザーには十分に公開されていない。

そこで、本研究では、この真直度補正機能を利用して、切削後の工作物の真直度を向上させる方法を検討することにした。

2.1 開発したシステムの構成

開発した工作機械の高精度化システムの写真を図1に示す。このシステムは、工作機械(㈱牧野フライス製作所 BUN2-85)の主軸に取り付けた変位センサ(オムロン(株) ZS-LD20S)による測定結果をもとに、工作機械の動きを補正し、平面加工の真直度を向上させることを目的とするシステムである。



図1 工作機械の高精度化システム

2.2 高精度化システムを用いた加工方法

高精度化システムを用いた平面加工の流れは、次に示すとおりである。

- 1) 加工準備
- 2) 粗加工

- 3) 中仕上げ加工
- 4) 仕上げ加工準備
- 5) 仕上げ加工

以下に、各工程について説明する。

1) 加工準備

工作機械の真直度を向上させるため、平面加工を実施する前に、加工準備を行う。この作業により、工作機械の重量からくる歪の影響を低減させ、工作物をより正確に加工・計測することが可能となる。加工準備では、図2に示すように、変位センサを工作機械の主軸に取り付ける。この変位センサを用いて、ストレートエッジを計測し、工作機械の真直度データを得る。次に、開発したソフトウェアを用いて、真直度データから工作機械に入力する真直度補正パラメータを生成する。開発したソフトウェアのアルゴリズムについては、後の節で説明する。最後に、真直度補正パラメータをコントローラに入力する。

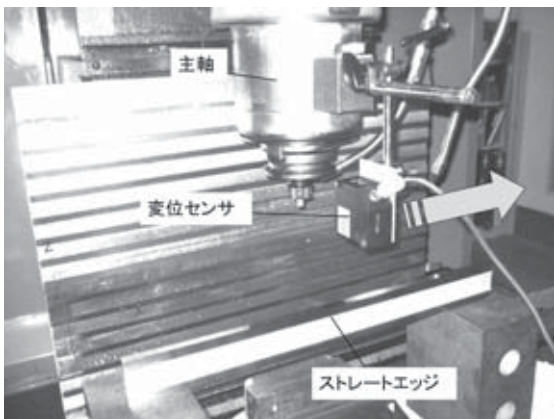


図2 加工準備

2) 粗加工

図3に粗加工の概要を示す。粗加工では、精度を考慮せず、高速で工作物を切削する。開発したシステムを使用するときも、同様の切削を実施することができる。

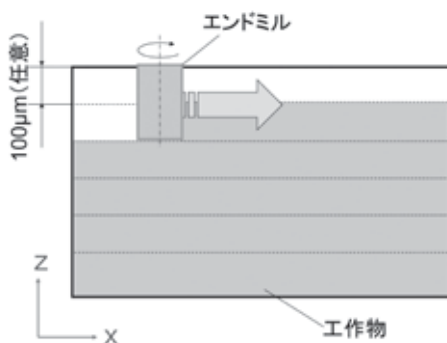


図3 粗加工

3) 中仕上げ加工

図4に中仕上げ加工の概要を示す。中仕上げ加工では、後工程である仕上げ加工と同様の切削条件で切削を行う。仕上げ加工と同条件の切削を行うことにより、仕上げ加工結果を仕上げ加工前に予測することが可能となる。

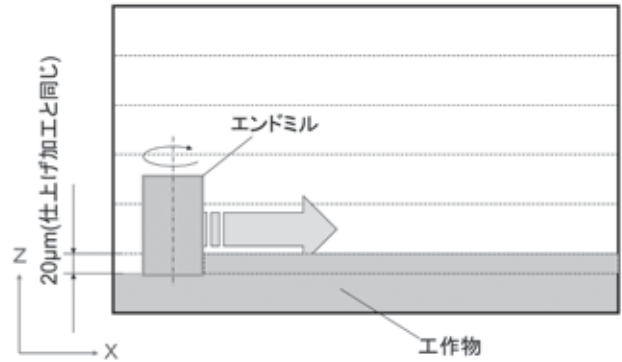


図4 中仕上げ加工

4) 仕上げ加工準備

仕上げ加工の準備では、工作機械の歪以外の加工外乱を排除する準備を行う。図5に示すように、変位センサを工作機械の主軸に取り付け、この変位センサを用いて、中仕上げ加工結果を計測し、工作物の真直度データを得る。次に、開発したソフトウェアを用いて、真直度データから工作機械の仕上げ用NCプログラムを生成する。最後に、仕上げ用NCプログラムをコントローラに入力する。

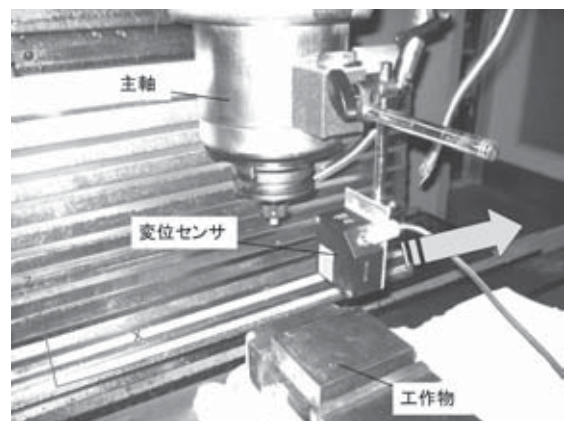


図5 仕上げ加工準備

5) 仕上げ加工

図6に仕上げ加工の概要を示す。仕上げ加工に使用するNCプログラムは、仕上げ加工準備で生成したものである。また、切削条件は中仕上げ加工と同じ設定にする必要がある。

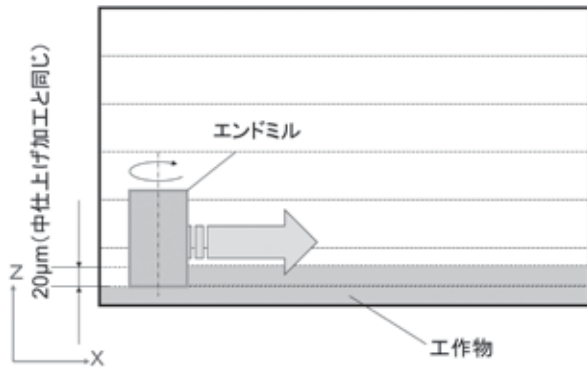


図6 仕上げ加工

2.3 開発したソフトウェアのアルゴリズム

開発したソフトウェアは、変位センサを用いて得た工作機械の真直度データから真直度補正データを生成する。また、同様に変位センサを用いて得た工作物の真直度データから仕上げ用NCプログラムを生成する機能を有する。この生成方法を以下に示す。

図7に示すとおり、真直度補正データの生成は、測定データを反転させ三等分し、これらを直線近似した後、近似直線の交点を算出することで、4点の補正点を生成することにした。4点の補正点を用いて補正する理由は、コントローラの入力フォーマットが4点補正となっているからである^[2]。また、仕上げ用NCプログラムも同様の補正を行った。なお、工具はこの4点を直線補間した経路を通ることとした。

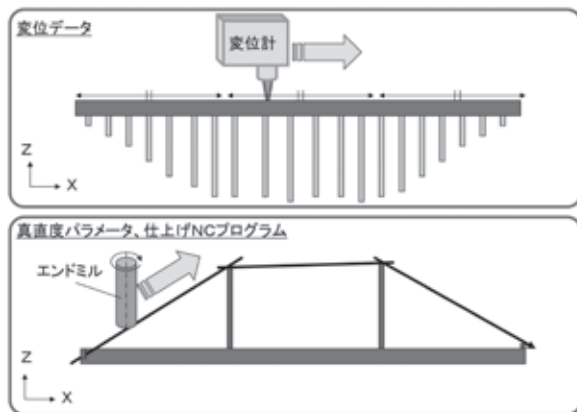


図7 補正データの生成アルゴリズム

2.4 開発したシステムの評価方法

提案したシステムを評価するために、JIS B6333の工作精度検査方法に準拠して、図8に示すように、工作物を切削し、三次元測定機(株)ミットヨLEGEX9106)を用いて、300mmの測定ラインA、測定ラインBの高さ誤差の最大値を求めた。なお、再現性

の確認のため、この切削実験を3回ずつ行った。なお、加工には、Φ10のスクエアエンドミルを使用した。

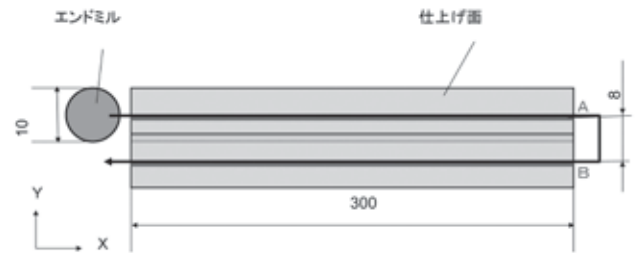


図8 工作物の真直度の評価方法

2.5 工作機械の高精度化システムの評価結果

前節に示した評価方法を用いて、真直度の評価を行った。図9に、システムの使用の有無による工作物の高さ誤差の評価結果を示す。3回ずつ切削した工作物をそれぞれ測定し、最大値、最小値、平均値を求めた。図9に示すとおり、300mmの切削において、高さ誤差の平均値を約50%低減できた。

また、図10では、システムを使用した場合と使用していない場合、それぞれで工作物の高さ誤差を三次元測定機で測定した結果の一例を示す。図10に示すとおり、開発したシステムにより中央部の高さ誤差が大きく低減されていることが確認できた。これらの結果から、平面加工において、このシステムは有効であることが確認できた。

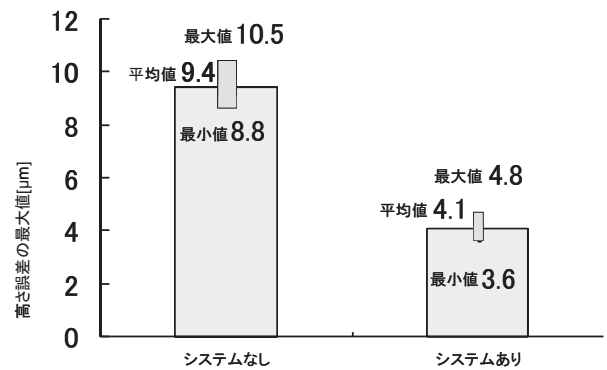


図9 評価結果

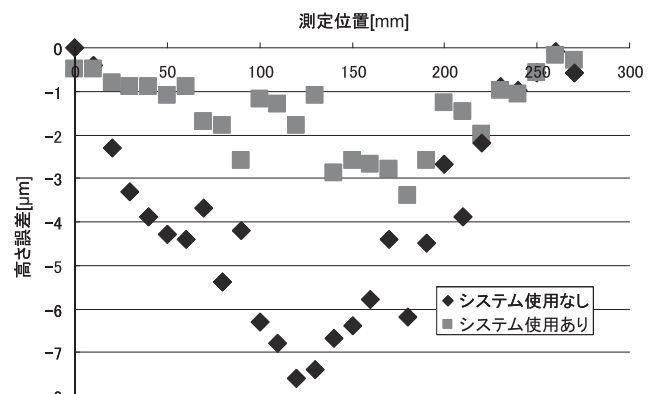


図10 評価結果の一例

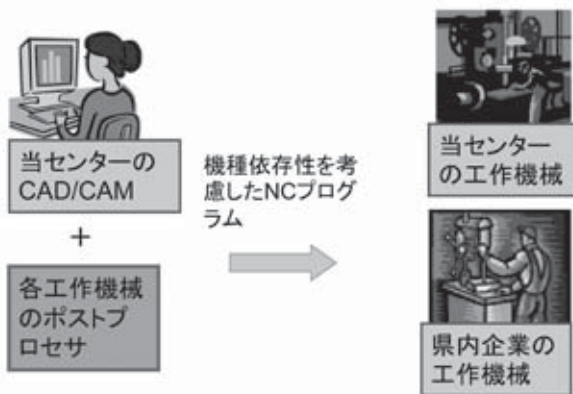
3. 機種依存性を考慮したNC生成システムの構築

現状では、当センターが保有するCAD/CAM (Unigraphics NX)を用いて、県内企業が保有する工作機械を制御するためのNCプログラムを生成することができず、工作機械の自動化支援を実施することが困難である。工作機械には、垂直または水平スピンドルがあるもの、複数の軸を同時に移動する間に切削を行うものなど、特有のハードウェア機能や動作条件がある。また、各工作機械はコントローラにより制御されており、このコントローラにも特有のソフトウェア特性が備わっており、一様でない。

これらの理由から、様々な工作機械とコントローラの組み合わせに適合するようにCLデータを修正しなければ、様々な仕様の工作機械を制御することはできない。この修正をポストプロセスと呼ぶ。CLデータをポストプロセスすることで、NCプログラムが生成される。ポストプロセスには、次の要素が不可欠である。

- ・トランスレータ：CL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使用できるように再フォーマットするプログラム。Unigraphics NXに付属されている。
- ・ポストプロセサ：トランスレータの変換方法を設定するプログラム

本研究では、機種依存性を考慮したNCプログラム生成システムを構築し、図11に示すとおり、県内企業が保有する様々な仕様の工作機械を制御するNCプログラムを生成可能とするため、ポストプロセサを作成するソフトであるポストビルダーを用いて、Unigraphics NXのポストプロセサを作成した。



直接的に、様々な工作機械の自動化を支援できる！

図11 目標とするNCプログラムの生成

3.1 ポストプロセサの作成方法

図12に示すとおり、CL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。

ここで、イベントハンドラとは、CL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、これらの命令セットによって、ツールパス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。

このイベントハンドラと定義ファイルは、TCL^[3](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。

今回は、ポストビルダーを用いることで、効率的に、TCL言語で記述されたポストプロセサを作成することが可能となった。

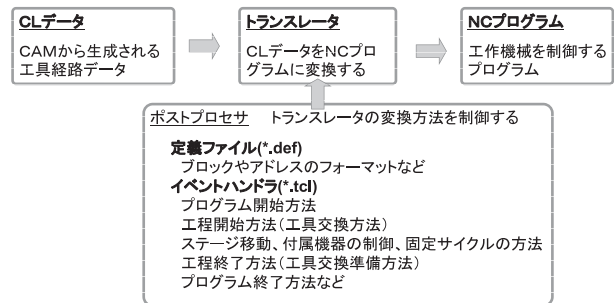


図12 ポストプロセス

3.2 県内企業の工作機械の自動化方法

作成したポストプロセサは、県内企業の工作機械の自動化に使用できる。図13に示したように、県内企業の工作機械は以下の手順により自動化が可能となる。

- 1) 県内企業が目標形状のモデルを用意する。
- 2) 当センターのCAM (Unigraphics NX)を使用しCLデータを生成する。
- 3) 企業向けポストプロセサを作成し、企業の工作機械で使用可能なNCプログラムを生成する。
- 4) 生成したNCプログラムを用いて、県内企業の工作機械を制御し、部品などの製作を行う。

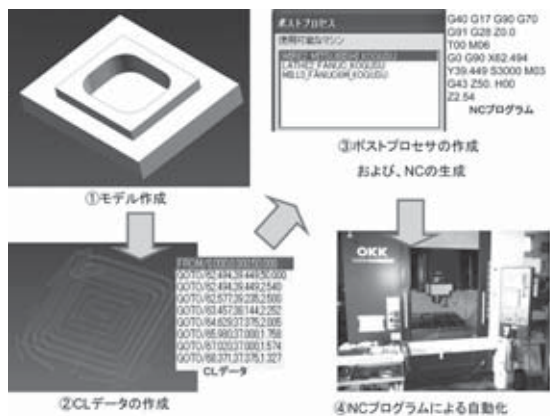


図 1 3 県内企業の工作機械の自動化方法

3.3 開発したポストプロセサの評価

TCLを用いて作成したポストプロセサを評価するために、図 1 4 に示すNCフライス盤(Makino BUN2-85)、ワイヤ放電加工機(三菱電機(株) DWC-90H)、CNC旋盤(株森精機製作所 SL-20)、マシニングセンタ(大阪機工(株) VP600)のポストプロセサを試作し、モデルデータから目標とする工作物を作製できるか実証試験を行った。

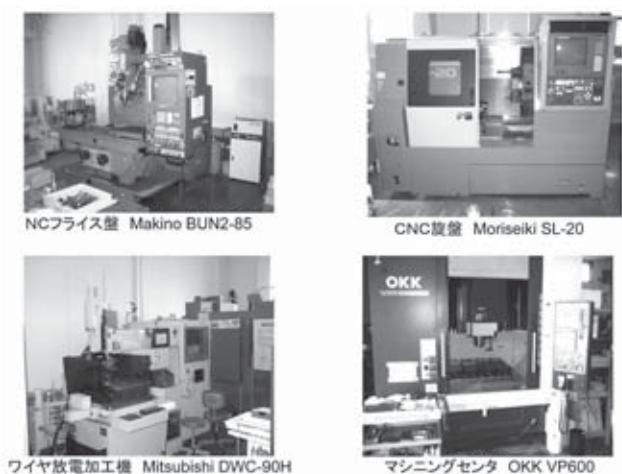


図 1 4 ポストプロセサの実証試験対象

図 1 5 にNCフライス盤(株牧野フライス製作所 BUN2-85)を用いた加工結果を、図 1 6 にCNC旋盤(株森精機製作所 SL-20)を用いた加工結果を、図 1 7 にワイヤ放電加工機(三菱電機(株) DWC-90H)を用いた加工結果を、図 1 8 にマシニングセンタ(大阪機工(株) VP600)を用いた切削結果を示す。

作成したポストプロセサは有効に機能し、想定通りに、工作機械のステージや付属する機器を制御することを目視確認することができた。また、図 1 5～図 1 8 に示すとおり、目標とする工作物を作製可能であ

ることを確認した。

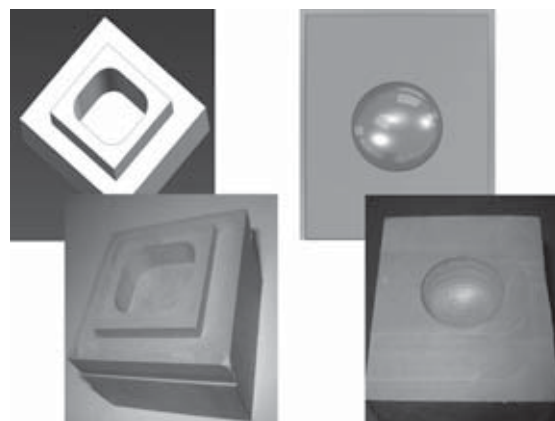


図 1 5 NCフライス盤の加工結果

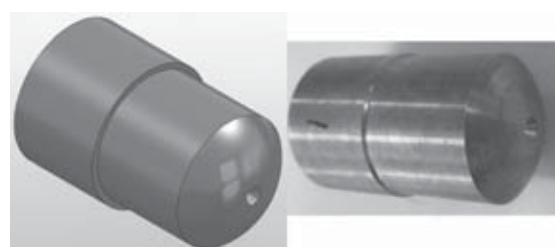


図 1 6 CNC旋盤の加工結果



図 1 7 ワイヤ放電加工機の加工結果

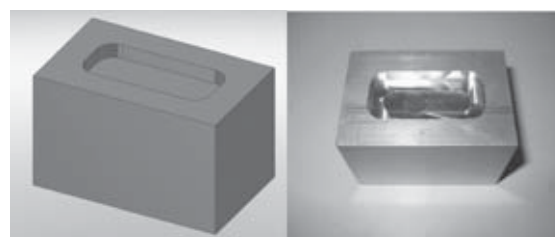


図 1 8 マシニングセンタの加工結果

4. CAD/CAEを用いた解析技術の高度化

機械加工の高精度化・効率化のための工作機械の改造や周辺機器の開発には、CAEを用いた解析技術が必要である。解析を実施するには、以下の課題がある。

- 1) 解析結果の妥当性はどの程度のものか分からない。
- 2) 最適な境界条件の設定、モデルの簡略化、要素モデルの選択が良く分からない。

3)複雑な解析を行う際、様々な解析ソフトが必要となり、多額の費用がかかる。

これらの課題を解決するために、九州全県および山口県の公設試のCAE担当者が構成される九州連携CAE研究会では、図19に示す遠隔解析支援システムの開発を行った。このシステムは、解析事例の参照、および、ANSYSを用いた大規模計算を支援するものであり、当センターでは、解析事例の登録、および、長崎県における遠隔解析支援システムの利用環境の構築(ANSYSの境界条件の作成環境の構築)を行った。

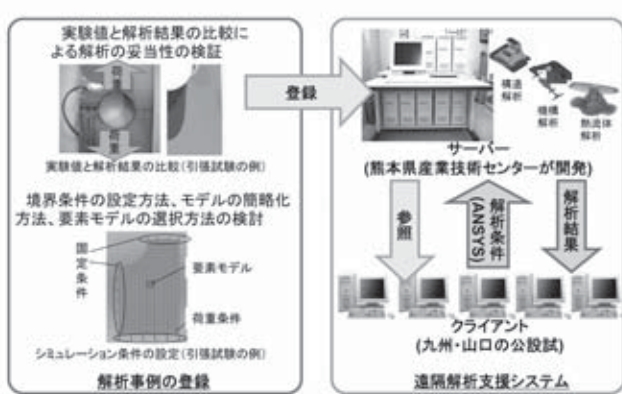


図19 九州連携CAE研究会の活動

九州連携CAE研究会で、遠隔解析支援システムの開発を行った結果、解析結果と実際の結果にどの程度差がでるのか確認できるようになった。また、最適な境界条件を設定しやすくなった。さらに、構造解析、機構解析だけでなく、当センターで熱流体解析も実施できるようになった。

他にも、講習会等で解析事例を紹介できるようになり、計算結果だけではなく、現実的な講習会を実施することが可能になった。

5. 結 言

機械加工業の要望に対応する研究開発を実施し、その結果、以下のことを実現した。

- 1) 工作機械の高精度化システムにより、既存の工作機械を用いた平面加工の精度向上が可能となった。
- 2) 機種依存性を考慮したNCプログラム生成システム使用して、県内企業の工作機械を制御するNCプログラムを生成できるようになった。
- 3) 機械加工の高精度化・効率化のために、CAEによる解析を支援する環境を整えた。

今後は、マスターゲージを用いて補正する技術を、円柱体の自動測定装置の開発に活かす予定である。ま

た、工作機械の自動化を普及するために、CAD/CAMに係る実習セミナーを実施する予定である。さらに、県内企業の装置設計にCAD/CAEの技術を使用する予定である。

参考文献

- [1] 長池 康成 他, 高精度低測定力機上測定機の開発, 日本機械学会生産加工・工作機械部門講演会, 2006(6), 125-126.
- [2] FANUC Series 15 FANUC Series 150 取扱説明書(付属), 1988.
- [3] TCL デイベロッパースイト <http://www.tcl.tk/> accessed June 6 2011.

高性能な「糖・酸度計」の実用機開発

電子情報科 専門研究員 下村 義昭

果物の高品質・ブランド化では果物個々の品質管理が重要となる。また、柑橘類では糖度と僅か1%前後の微量な酸度が味を左右する重要な品質項目となる。光を用いて糖度と微量な酸含量を正確に非破壊計測するには、果実による光散乱の影響と果実の内部温度による光吸収への影響をそれぞれ排除する必要がある。本開発ではこれまでに光散乱の影響を受けない独自の非破壊計測技術をベースに糖・酸度と同時に果実の内部温度も計測する新たな手法を考案した。また、本手法について果実の散乱体モデルを用いて解析した結果、15℃～35℃の範囲で果実温度が変化しても実用精度による糖度と酸度の計測が可能であることが検証された。

1. 緒言

品質の高い青果物は、地域ブランドとして高価で売買され、地域振興の面でも重要である。県内でも温州ミカン等で代表される高品質・高価な青果物が栽培されている。こうした青果物を高価に市場に提供するには、生育途中の青果物品質を基にした栽培管理と出荷時の青果物個々の品質による等級選定が必要となる。近年では、こうした果実個々の品質管理を目的に近赤外分光法^[1]を利用した果実糖度の非破壊計測装置が幾つかのメーカーで実用化され、産地の選果場等で利用されている。

従来の近赤外分光法を用いた果実糖度の測定では試料スペクトルの微分値と試料成分(糖度等)実測値との関連付け(これを検量線作りと呼ぶ)を重回帰分析や部分最小二乗(Partial Least Squares: PLS)回帰分析等の統計処理により行い、作成した検量線を使用して測定スペクトルから試料成分を定量する。こうした近赤外分光法では試料スペクトルの測定と統計処理が主要作業であり、測定対象の物理的な解釈無しで実施可能な簡便な手法であるが、①装置構成が複雑で高価、②消費電力が多い、③品種・収穫時期毎の検量線の更新に手間がかかる等の欠点があり、農家個々への十分な普及には至っていない。

また、柑橘類では糖度と1%前後の微量な酸度が味を左右する重要な品質項目となる。光を用いて糖度と微量な酸含量を正確に非破壊計測するには、果実による光散乱の影響と果実の内部温度による光吸収への影響をそれぞれ排除する必要がある。しかしながら、従来の近赤外分光法ではこうした課題を本質的に克服することは難しく、いくつか商品化されてはいるが十分な測定精度が得られず、高性能な糖・酸度計の開発が関連業界から望まれている。

一方、著者はこれまでに光散乱の影響を受けない

い非破壊計測手法(TFDRS:Three-Fiber-based Diffuse Reflectance Spectroscopy)^[2]を開発し、世界最軽量の携帯型糖度計を実現している(図1)。



図1 TFDRSをベースに商品化した携帯型の非破壊糖度計。光源に発光ダイオードを使用し、重量200gと世界最軽量を実現した。

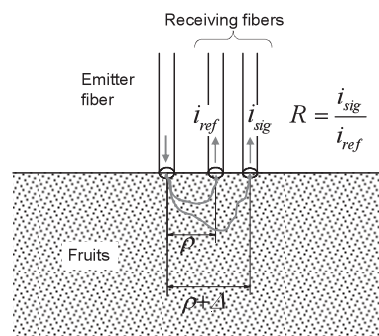


図2 TFDRS法による相対反射率の測定方法。1カ所から光を照射し、異なる2カ所で内部からの拡散反射光を受光し、その強度比から相対反射率を算出する。

本開発では、こうした独自のTFDRS法を応用した高性能な「糖・酸度計」の実用機開発を目的としている。

2. 研究内容と結果

2.1 TFDRS法と相対吸光度比^[2]

図2にTFDRS法による相対反射率Rの測定方法を示す。1本の光照射ファイバーを用いて果実にレーザー

光を照射する。果実に照射されたレーザー光は果実内部での散乱、吸収を繰り返しジグザグ光路に沿って伝播する。2本の受光ファイバーで受光される2つの拡散反射光の強度比から相対反射率 R を算出し、下記式で表される相対吸光度比 γ ^[2]を定義する。

$$\gamma(\lambda_1, \lambda_2, \lambda_0) = \frac{\ln(R(\lambda_1)) - \ln(R(\lambda_0))}{\ln(R(\lambda_2)) - \ln(R(\lambda_0))} \quad (1)$$

ここで $\lambda_0, \lambda_1, \lambda_2$ は果実に照射されるレーザー光の波長を表す。(1)式で表される相対吸光度比 γ は検出距離 ρ, Δ の変化、あるいは果実個々の散乱係数の変化等で生じる散乱光路長の変化に左右されない物理量となり、しかも果実糖度との直線相関を示す^[2]。

2.2 糖・酸度と内部温度の同時計測

葉緑素など可視域での色素吸収が無視できる近赤外領域では果実を糖や酸を含んだ水溶液の散乱体と見なすことができ、果実の吸収係数は糖や酸を含んだ水溶液にその体積分率を乗じた値となる^[2]。図3はグルコースとクエン酸を含む水溶液での吸収係数の各成分依存と温度依存を示す。果実の吸収係数も水溶液同様に含まれる酸度と糖度、さらには温度によって複雑に変化する。散乱体が光吸収に起因する複数年因子($C_k, k=1 \dots m$)を含む場合、TFDRS法では複数の相対吸光度比($\gamma_k, k=1 \dots n, n \geq m$)を用いた下記式により、各組成を同時に計測することが可能となる^[3]。

$$\begin{bmatrix} C_1 \\ C_2 \\ \vdots \\ C_k \\ \vdots \\ C_m \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} a_{10} \\ a_{20} \\ \vdots \\ a_{k0} \\ \vdots \\ a_{m0} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} a_{11} & a_{12} & \dots & a_{1n} \\ a_{21} & a_{22} & \dots & a_{2n} \\ \vdots & \vdots & \dots & \vdots \\ a_{k1} & a_{k2} & \dots & a_{kn} \\ \vdots & \vdots & \dots & \vdots \\ a_{m1} & a_{m2} & \dots & a_{mn} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \gamma_1 \\ \gamma_2 \\ \vdots \\ \gamma_k \\ \vdots \\ \gamma_n \end{bmatrix} \quad (2)$$

果実モデルを対象に理論解析した結果を図4に示す。ここでの解析では、果実モデルの散乱係数及び体積分率にトマトの値を用いた。また吸収係数はグルコース濃度を4 wt% ~ 12 wt%、クエン酸濃度を0 wt% ~ 3 wt%、果実温度を15 °C ~ 35 °Cの範囲でそれぞれ変化させた値を用いた。(2)式を用いた推定式により、糖度、酸度ともに温度変化に影響されことなく実用精度での非破壊計測が可能であることが検証された。

3. 結言

TFDRS法で測定される相対吸光度比は果実内部での散乱の影響を受けず、酸含量など微量成分の測定に

有効となる。しかし、果実の吸収係数は糖度、酸度に加え、果実温度の影響を受けて複雑に変化し、特定の成分を測定するには他成分、並びに温度の影響を同時に排除する必要がある。

本研究ではTFDRS法をベースとした糖・酸度の計測手法を提案し、その有効性についてトマトを模した果実モデルでの理論解析を行った。その結果、複数の相対吸光度比を用いた推定式により果実温度の影響を受けることなく糖度と酸度を実用精度で同時に測定できることが示された。今後、測定方式の実験的検証を行い、非破壊測定機器の実用化を目指す。

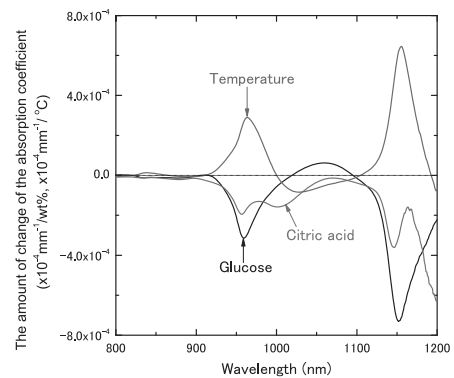


図3 糖・酸水溶液の各濃度と温度による吸収係数の変化量。

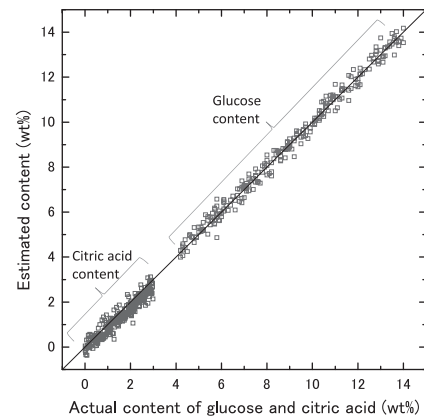


図4 TFDRS法による糖度と酸度の推定結果。トマトの散乱モデルを対象に温度を15 °C ~ 35 °Cの範囲で変化させた。

参考文献

- [1] 尾崎幸洋, 河田聡編: 近赤外分光法(日本分光学会測定法シリーズ32, 学会出版センター, 東京, 1996).
- [2] 下村義昭: レーザー研究39(2011) 233.
- [3] Y. Shimomura, S. Miki, T. Tajiri, and H. Tanaka: Proc. of IEEE/LEOS Annual Meeting, 274-275(2009).

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 事業開発部電子技術プロジェクト グループ長	酒井 寿美雄
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23年度は、平成22年度までに試作した小型搬送車要素技術を継承し、非接触充電モジュールの導入と、自動充電制御について試作した。また無人搬送車の事業化を推進するため、無人搬送車の各部をモジュール化し、駆動部の低コスト化に取り組んだ結果、モジュール型の無人搬送車を製品化した。

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と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][2]}。

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。

最終年度である平成23年度は平成22年度に試作した小型牽引式搬送車と充電ステーションをベースに非接触充電モジュールを導入し、自動充電制御を可能としたので報告する。

2. 牽引式ガイドレス無人搬送車

試作した牽引式ガイドレス無人搬送車を図1に示す。また諸元を表1に示す。

低コスト化の為、障害物検出用のレーザーレンジファインダ(LRF)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、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。無人搬送車寸法は、通常の事務所等のドアを通過できるように、横幅を500mm、長さを650mm、高さを1885mmとし、ほぼ人と同等サイズに小型化した。また廊下走行中の凹凸や事務所内への出入りにおいて、床のドア枠等を乗り越えたときの安定性確保の為、前

輪キャスターは緩衝機能内蔵としている。

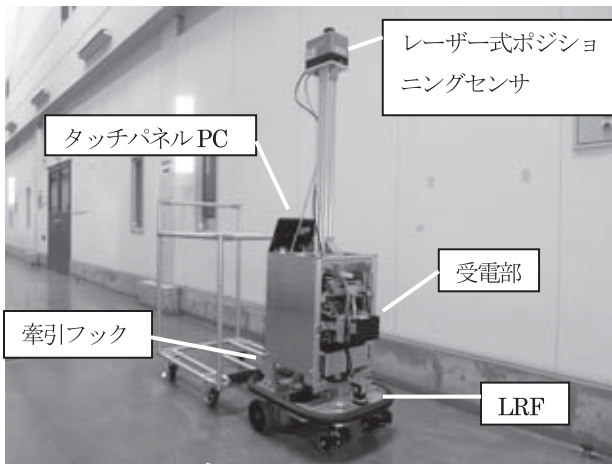


図1 牽引式ガイドレス無人搬送車

表1 牽引式ガイドレス無人搬送車諸元

車両寸法	650(L)×500(W)×1885(H)mm
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
制御装置	産業用ファンレス PC Intel Core 2 Duo 2.0GHz、耐衝撃 20G
OS	WindowsXP embedded
電源	リチウムポリマー電池 24V 1.2kwh
充電方式	充電ステーションからの自動充電
駆動方式	サーボモータ左右2軸差動方式

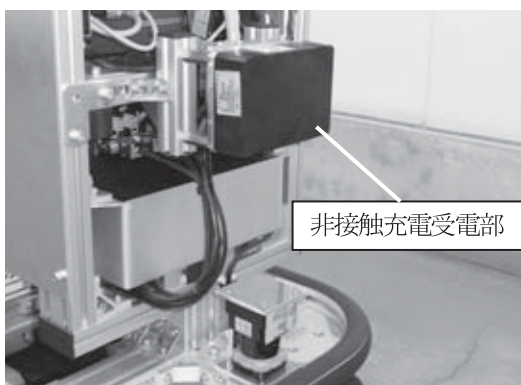


図2 非接触充電受電部

長時間連続運用に対応するため、自動充電システムに非接触充電モジュールを採用し、車両前方に受電モジュールを搭載した。充電ステーション給電部の100mm以内に接近することで非接触充電が可能である。

無人搬送車のインターフェースには作業者が容易に操

作可能なように、タッチパネルディスプレイを採用した(図3)。制御ソフトウェアはC#言語を用いて作成した。

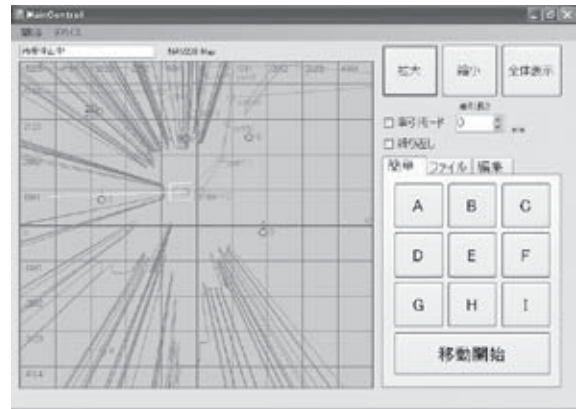


図3 操作インターフェース

画面中央にマップが表示される。表示内容はAGV車両位置、位置センサ用リフレクタ位置、走行経路、無人搬送車搭載のレーザーレンジファインダデータ(障害物形状)である。通常運用ではあらかじめプリセットされた経路から任意の経路を選択し、走行開始ボタンを入力するのみで足りる。システムは自動的に障害物を回避し、指定座標まで移動を行う。

本システムを運用するにはまず経路設定を行う。経路作成には編集モードを用いる(図4)。

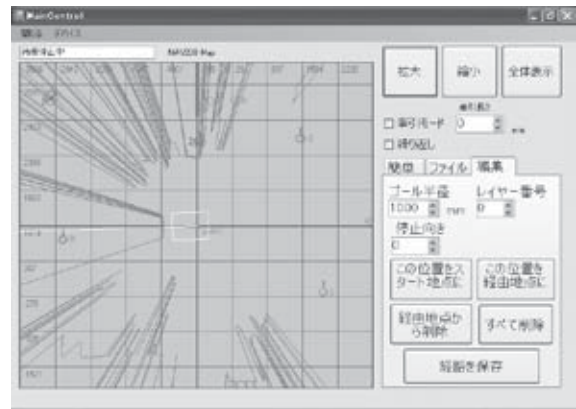


図4 編集モード

画面右下の編集モードを選択すると、編集用の各操作ボタンが表示される。新たな経路ポイントを入力するには、マップ上の任意地点を選択後、経路地点登録ボタンを押すとその座標が追加される。経路の編集後、ファイル保存ボタンを入力し、ファイル名(例:A.path)を付け保存を行う。経路の呼び出しは、2通りあり通常は「A.path」～「I.path」のように、ファイル名先頭にAからIのアルファベットを付けた経路ファイルが通常画面(図3)の「A」～「I」ボタンに割りつけられており、それを押すのみで簡単に経路設定をすることが可

能である。またはファイル呼び出し画面から任意の経路ファイルを読み出すことも可能である。

各種センサの管理は左上の「デバイス」ボタンから選択可能となっている。駆動用モータ管理画面では左右モータの回転速度状態、バッテリー電圧、バッテリー残量を確認可能である(図5)。また障害物回避用レーザーレンジファインダセンサデータの管理画面ではセンサのデータ読み込み状況を確認可能となっている(図6)。

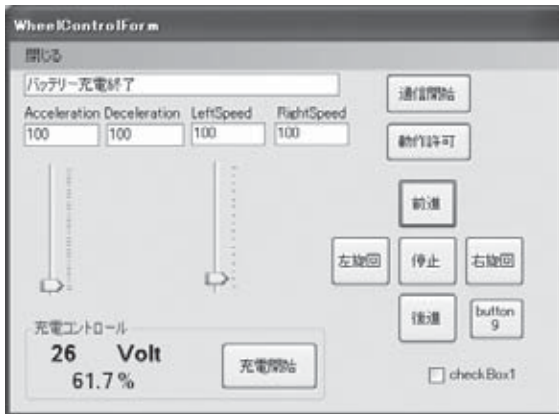


図5 駆動モータ管理画面



図6 レーザーレンジファインダセンサ管理画面

3. 制御方法

3.1 絶対位置検出

レーザーレンジファインダセンサの水平方向の環境形状データを、画像データとしてあらかじめ記録しておき、計測したデータと照合することでセンサの位置、姿勢を計算する手法が提案されている^[3]。環境に手を加えず位置測定することからインフラ整備を必要としないメリットがある。

本研究では画像変換を行わず、測定データ形式のまま照合計算を行なうプログラムを試作し、30mm以下の測定精度、10Hzの更新周期をもつ位置検出プログラムを試作した。しかしながら、一般工場等では作

業者が多数存在することで取得データが大幅に変化し、照合が困難になると考えられる。特徴点を設定し、そのデータのみを照合することが考えられるが、形状データのみで特徴点を決定することは実環境では普遍性が低い。そこで本研究では無人搬送車用に市販されているレーザー式ポジショニングセンサを用いた。このセンサは反射強度を特徴点の基準として扱うことでロバストな位置検出を実現しているセンサである。上部にあるレーザー受発信部を回転させることで、360度半径30mにあるリフレクタを検出することができる。使用するリフレクタとしてはレーザー入射方向へ反射させることができる再帰反射性をもつリフレクタを使用する。

あらかじめ、壁や柱などにリフレクタを3枚以上貼り付け、その貼付パターンを一度センサで検出し、センサ内ROMに書き込んでおく。このリフレクタ配置パターンをレイヤと呼び、センサ内に最大40レイヤ登録可能である。RS232Cで車両制御用コンピュータと接続し、位置検出用コマンドを送信するとその時点でのリフレクタパターンを検出し、内蔵DSPでレイヤパターンと照合することで、現在座標、角度を取得することが可能である。

表2 ポジショニングセンサコマンドの例

	フォーマット	例
車両 PC →センサ	レイヤ番号、X 速度 (mm/sec)、Y 速度 (mm/sec)、角速度 (deg/sec)	0,200,200,30
センサ→ 車両 PC	X座標(mm)、Y座標 (mm)、角度(deg)、測定品質(0~100%)、位置算出に使用されたリフレクタ数	4500,1000,60,85,6

このセンサは、リフレクタの検出状態、センサの急激な回転、移動が起きると、まれに検出エラーや、誤出力が発生する。そこで本システムでは前回正常測定時の座標を元に駆動輪回転速度を用いて予測座標を算出し、センサ出力が閾値を超えた場合、予測値で補間する処理を行なっている。

3.2 走行経路データ

移動システムをスタート地点からゴール地点まで走行させるため、経路を制御コンピュータに与える必要

がある。本システムでは、レイヤ番号、絶対位置座標、姿勢角度、到達判定半径をメンバにもつデータ型を定義し、これらをつなぎ合わせて経路パスを生成し、管理することとした。到達判定経路は目標パスへの誘導精度を示している。半径が大きければ走行軌跡はおおまかに、半径が小さければより正確に目標経路を実現する。

車両と目標経路の距離に応じて速度を制御しており、すべての経路で判定半径を小さく設定していると、厳密な位置制御のため、走行速度が著しく低下する。よって、ゴール地点の判定半径は小さくし、途中の経路パスは大きく判定半径を設定することで、適度な走行軌跡精度を実現しつつ、目標座標への正確な誘導が可能となった。

3.3 障害物回避

レーザーレンジファインダによって車両周囲360度半径およそ30m高さ110mmの範囲にある障害物を検出可能である。障害物回避アルゴリズムの開発例として、大島が自律走行ロボットの技術大会である「つくばチャレンジ2007」で完走を果たした移動ロボットに実装したアルゴリズムを参考とした^[1]。

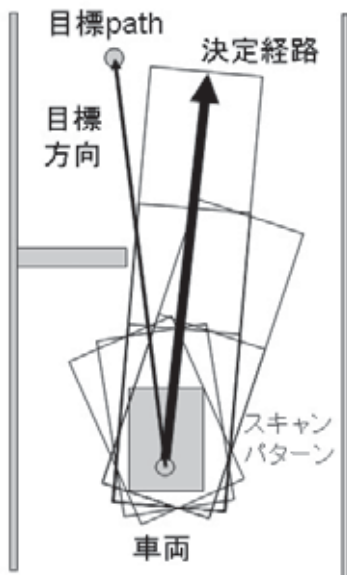


図7 障害物回避アルゴリズム

このアルゴリズムは車両正面を中心に想定する車両走行エリアを徐々に伸ばしながら左右に走査、エリア内に障害物がないか判定し、最も長手の走行エリアの方向を選択している。

本システムではこのアルゴリズムをベースとして、

まずレーザー式ポジショニングセンサで絶対座標を検出後、目標座標の方向と距離を算出し、目標方向を中心に ± 30 度の範囲、目標距離を7段階に分割し、干渉計算を行なう(図7)。この段階で走行可能なエリアが見つからない場合は、探索範囲を ± 90 度まで広くし、再探索を実行する。最も長手かつ非干渉エリアの中央を選択方向とし、距離に応じて走行速度を決定する。干渉計算は方向転換時を考慮し、左右側面と後方も考慮している。計算結果をもとに左右モータの回転速度を決定し、モータドライバへ指令を出力する。なお目標経路パスの方向を目標値として左右車輪速度はPID制御によるフィードバックを行なっており、路面特性等による誤差を補正している。

3.4 制御フロー

以上の制御内容をC#言語で実装した。制御フロー概要を図8に示す。

本システムでは、制御PCに複数のCPUコアを搭載したものを選定しており、処理能力を最大限に発揮させるためセンサ、モータの制御は各スレッドで並列処理する。

各センサ、駆動モータはRS232Cシリアル通信、USB通信を多用しているため、実装においてはスレッド処理優先度を適切に設定し、走行時には最大限にCPU処理能力を発揮させる調整を実施した。

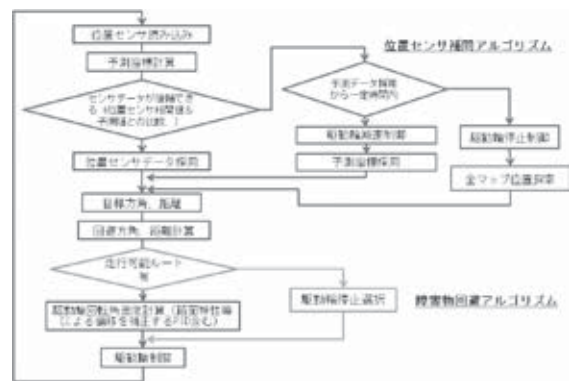


図8 制御フロー概要

4. 充電ステーション

試作した充電ステーション外観を図9、充電ステーション諸元を表3に示す。



図9 充電ステーション 図10 非接触充電の様子

表3 充電ステーション諸元

寸法	400(L)×400(W)×900(H)mm
送電プローブ設置高さ	75mm 以下
電源	3 相 200V
非接触給電能力	24V20A
非接触充電距離	最大 100mm
充電対応電池	専用リチウムポリマー電池
保護機能	過充電保護

牽引式ガイドレス無人搬送車のドッキングの様子を図10に示す。充電ステーション給電部と無人搬送車受電部を接近させることで非接触充電可能である。非接触充電モジュールの仕様から、給電部と受電部間が30mmのとき、およそ10Aの充電電流が確保できる。そこで本システムでは充電ステーションに30mmまで接近させるドッキングシーケンスを作成した。

無人搬送車は左右2軸差動方式を採用しているため、真横方向への移動は不可能である。ある程度接近した際に横方向へずれていた場合、特性上位置修正することが困難である。そこでドッキング時には充電ステーションから600mm離れた座標へ一旦向かい、その後給電プローブに正面からアプローチする制御を行っている。さらに200mm以内まで接近後はレーザ式位置センサの位置計測モードを静的な計測モードに切り替え厳密な計測をおこなう。これによって距離30mmまで接近し非接触充電可能となった。

5. 走行実験

小型ガイドレス無人搬送として周辺環境が混み合っている場合の移動性能を確認する。充電ステーションが設置してある事務所から一旦廊下へ出た後、右折し、約7m進んだ後に引き返し、再び事務所に入って、最後は充電ステーションとドッキングする経路を

設定した。さらに工事用パイロンを廊下途中に設置し、これを自動回避可能かも検証した。実験現場の様子を図11に示す。



図11 事務所間想定移動実験

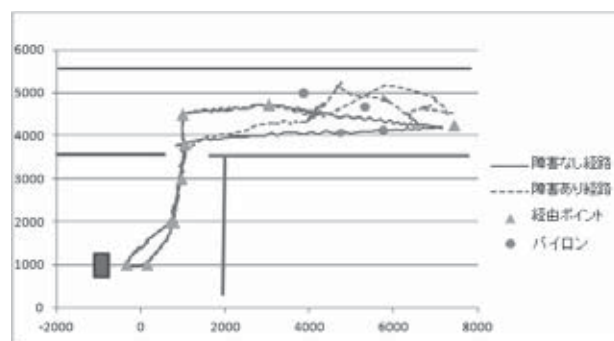


図12 実験結果

無人搬送車の走行ログデータを図12に示す。実線は障害物がなかった時の走行経路、点線はパイロン設置時の走行経路、三角マークは経路設定ポイント、丸マークは障害物としておいた工事用パイロンを示している。

ログデータから明らかなように、廊下上には何もないうときは最短経路である直線経路で移動している。廊下でUターン後も最短経路で移動していることが分かる。パイロン設置時は、自動的にもっとも広いエリアを検出し、回避動作をとっていることがわかる。また、事務所のドア幅は780mmであるが、ドア形状を検出し問題なく通過できることも確認できた。さらに充電ステーションに自動ドッキングし自動充電可能なことも確認した。

次に工場等での移動を想定した、工業技術センター実験棟通路での走行実験の様子を図13に示す。



図13 工場内移動実験

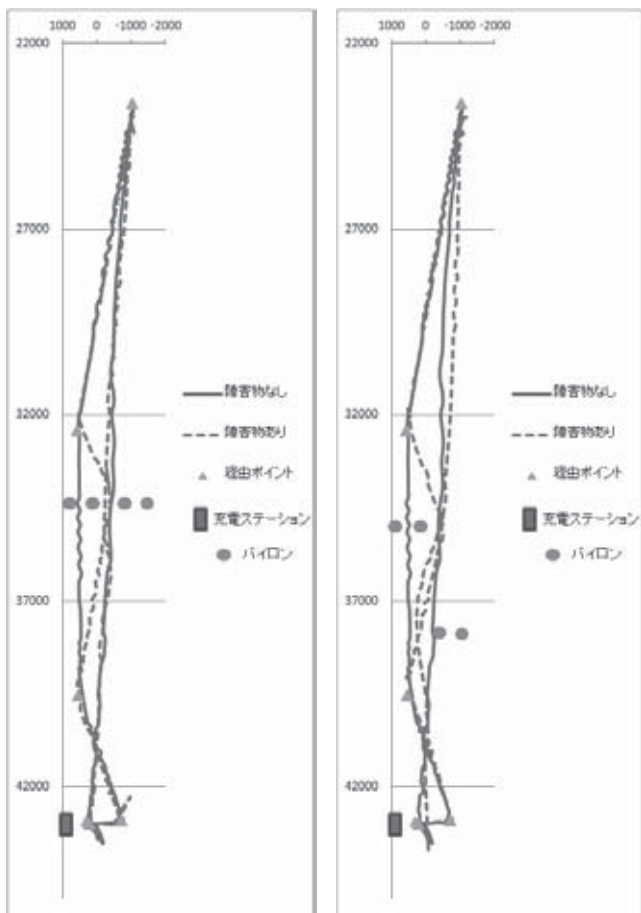


図14 障害Aパターン

図15 障害Bパターン

充電ステーションを初期位置として、図13において向かって右奥の20m離れた地点まで移動後、向かって左側を走行し、最後は充電ステーションに帰還する経路をスタート、ゴール含め合計6ポイントで設定した(図14、図15)。

障害物として工事用パイロンを2つのパターンで配置し、走行実験を行った。Aパターンは750mmの通過可能ゾーンが中央にある。またBパターンは往復路通

常経路をそれぞれ遮るスラローム配置とした。走行結果を図14、図15に示す。

いずれの障害パターンも本システムは障害形状を認識し適切に回避可能なことを確認した。またこの経路設定では奥行きが20mと十分に長かったため、最高速度は設計最大速度の4km/hに達した。また非接触充電時の電流は実測8A~10Aであった。

本実験により開発した無人搬送車が、事務所のような狭い環境と、工場のような広い環境の両方で、障害物を回避しつつ十分な速度で搬送作業可能なことを確認できた。

6. 結 言

平成23年度は平成22年度まで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非接触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。この研究成果を反映し、県内企業においてガイドレス無人搬送車として製品化がなされている。

今後は事業化支援を継続するため、位置検出機能の低価格化、障害物の3次元認識への拡張、荷物の自動積み下ろし自動化についても引き続き研究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てきたもの <http://robot.watch.impress.co.jp/cda/news/2008/01/17/859.html>
- [2]坪内孝司, Yoichi MORALES, Alexander CARBALLO, 原祥亮, 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」の取り組み”, 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
- [3]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

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、各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。本報では微生物を瞬時に計測する手法を構築し、ポリスチレン微小球（10um）に抗体（Anti-β-galactosidase）を固定化する実験および評価を行なったので報告する。

1. 緒 言

食品の微生物検査は、厚生労働省が定める法定検査に加えて自主検査が実施されており、各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低減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有する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十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、数十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のが可能となる。

本報では微生物を瞬時に計測する手法として、単一微小球の検出システムを構築し、10umのポリスチレン微小球（以下、PS微小球）に抗体（Anti-β-galactosidase）を固定化する実験および評価を行なったので報告する。

2. 研究内容と結果

2.1 単一微小球の検出システム

平成22年度は、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）の励起システムを構築した^[1]。平成23年度は実際に単一の微小球を励起し、その散乱光を検出するシステムの構築を行なった。

励起用に用いる油浸対物レンズは、カバーガラスとの屈折率差を小さくするためマッチングオイル（屈折率1.515）を使用し、励起光のスポット径が小さくなるように調整している。本研究で使用している油浸対物レンズは、NA(Numerical Aperture)=1.25、倍率100倍、WD(Working Distance)=0.17mmである。

ここで、スポット径のサイズWは(1)式で計算され^[2]、本研究で使用する波長がλ=532nmの場合には、W≒0.5umに絞れることが推測できる。

$$W \leq \frac{\lambda}{NA} \dots (1)$$

図1はヘリウムネオン(HeNe)レーザー（λ=632.8nm）を直径10umのPS微小球に照射する時の様

子であるが、単一のPS微小球に球径以下に絞った光が入射していることが分かる。このため、PS微小球に抗体を固定化し、抗原抗体反応時の散乱光を検出すれば、単一のPS微小球の表面状態の信号を検出できることになる。

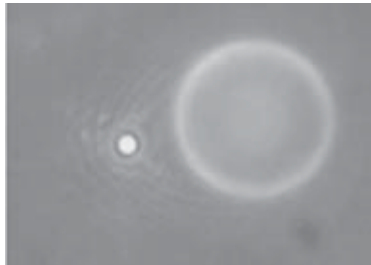


図1 励起光のスポット径

図2に示すように、単一のPS微小球の計測部分は、顕微鏡のステージプレート部にガラスベースディッシュ（IWAKI製、底面厚み0.15～0.18mm）を取り外しできるように設計し、凝集した微小球はマニピュレータ（ナリシゲ製、MMO-203）に装着した光ファイバー（先端部直径≒11μm）を操作することで、選別できるようにしている。

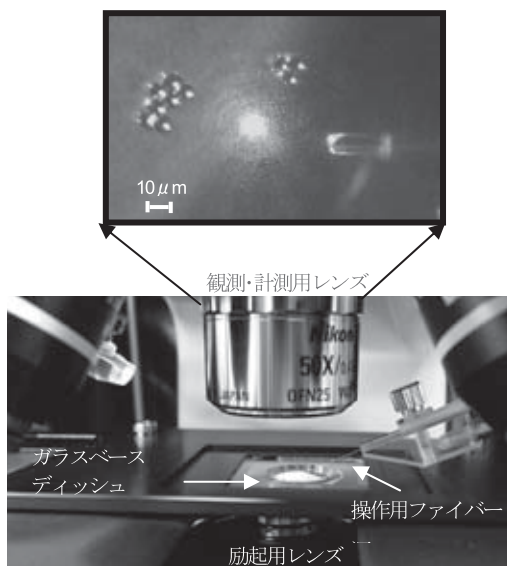


図2 計測部分

また、PS微小球の測定は溶液中で行うため、PS微小球（屈折率1.59）と媒質（屈折率1.33）の屈折率差が小さくなり観測が困難となる。そこで、ガラスベースディッシュの側面部よりライトガイド光を照射し、溶液中のPS微小球の位置を特定できる暗視野照明システムへと改良を行なった。最終的には、図3に示すように、顕微鏡の接眼レンズにCCDカメラを装着しPS

微小球をリアルタイムに観測しながら、散乱光を分光器で検出できるシステムを構築した。



図3 PS微小球の検出システム

2.2 抗体の固定化プローブの作製および評価

微生物の判定には、PS微小球の表面上に抗体を固定化し抗原抗体反応による変化を確認する。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-galactosidase）に対する抗体（Anti-β-galactosidase）を選択した。PS微小球に抗体（Anti-β-galactosidase）を固定するプローブは図4に示すように、カルボキシル基を修飾したPS微小球に抗体を共有結合させることで作製した。

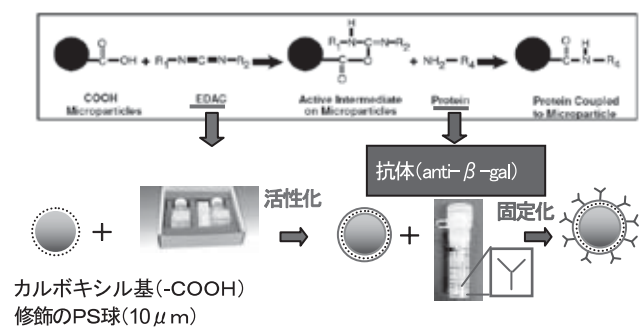


図4 抗体固定化プローブ

PS微小球への固定化量については、反応溶液の上澄み（固定化していない抗体）を取り除き、投入量との差分から算出する。タンパク質の紫外吸収が現れる280nmの吸光度測定値から抗体量を算出したところ、208ugの抗体の投入量に対して、約36%にあたる76ugが固定化していることが分かった。

2.3 単一微小球からの散乱光スペクトル

微小球に光を入射すると、ある条件下で球を周回する電磁波モードが発生し、入射光が強く散乱されることが分かっている^[3]。測定ではこの周回する電磁波モードであるウィスパリング・ギャラリー・モード(Whispering Gallery Mode、以下WGモード)の変化を検出することでPS微小球の表面状態を検証した。図5は、2.1で構築した単一微小球の検出システムにより、空気中におけるPS微小球の散乱光を検出したスペクトルである。蛍光の波長帯域の中に周期的な共鳴ピークを確認することができ、単一のPS微小球からのWGモードを検出できていることが分かる。

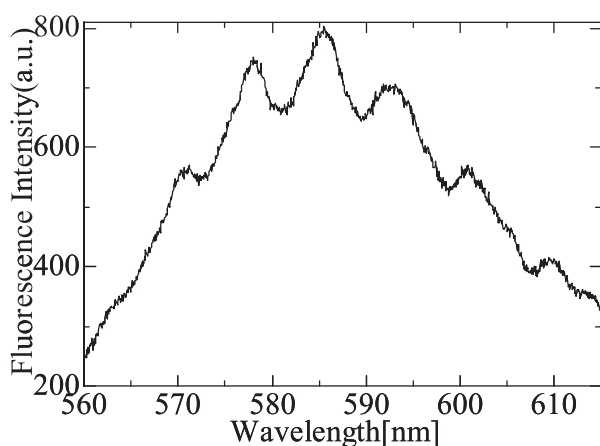


図5 散乱光スペクトル

また、溶液中において2.2で作製した抗体固定化プローブの散乱光を検出したところ、空気中のPS微小球の散乱光スペクトルと比較し、共鳴ピークのシフト変化が確認された。更に、酵素溶液(β -galactosidase)を滴下し、抗原抗体反応をさせた場合には、新たな共鳴ピークが発生していることを確認した。

3. 考察

2.3で発生した新たな共鳴ピークは、PS微小球に固定化した抗体(anti- β -galactosidase)と酵素(β -galactosidase)が反応した場合のみに現れる特有のモードであるのか確認する必要がある。そこで、抗体を固定化していないPS微小球に酵素溶液(β -galactosidase)を滴下し、散乱光のピークシフトやモードの変化を確認した。測定の結果、抗体が固定化していないPS微小球は、散乱光のピークシフトや新たなモードが発生せず、純水中の共鳴モードと類似していることが分かった。このため、抗原抗体反応時に現れる共

鳴モードはPS微小球の表面上で酵素(β -galactosidase)と反応した時に発生するモードであることが考えられる。

4. 結言

微生物(大腸菌群)を検出するプローブとして抗体を固定化したPS微小球プローブを作製し、 β ガラクトシダーゼ(β -galactosidase)と抗原抗体反応させた時、PS微小球からの散乱光スペクトルの変化を確認することができた。平成24年度は、PS微小球プローブによるスペクトル検出の再現性を高め、卓上型の検出装置(システム)の構築を進めていく予定である。

参考文献

- [1]田尻健志, 松本周三, 原口雅宣, 今任稔彦, 長崎県工業技術センター研究報告, No40, pp.27-29(2011)
- [2]左貝潤一, 光学の基礎, コロナ社, (1997)
- [3]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)

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18 μm の銅箔を、樹脂部分として熱硬化性樹脂を用いて、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8J/cm²でレーザーを2回照射し、樹脂部分にフルエンス5J/cm²でレーザーの走査方向を変えて2回照射したところ所望の変化が得られ、線幅250 μm 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、装置のイニ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、装置のイニ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、加工基材の構成材料および調製工程の再検討、ならびに目標とする線幅250 μm の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

レーザー加工の対象となる基材を構成する材料について再検討を行なった。金属箔の材質は、配線として最も一般的な銅であることは昨年度と変わらないが、より低コストで材料調達が可能ないように電解銅箔を用いることにした。今回の実験で用いた銅箔の厚みは18 μm であり、一般的なプリント基板によく用いられる厚みである。なお、昨年度の実験で使用した銅箔の表面は特に処理をしていなかったが、今回は銅箔の片面を均

一に粗化する処理を施している。これにより、銅箔と基板との密着性が増し、引き剥がし強度が向上することが期待される。基板は昨年度と同様のガラエポ(ガラス繊維強化エポキシ)を用いた。一方で、銅箔と基板の張り合わせに用いる熱硬化性樹脂の厚みは昨年度よりも薄くして25 μ mとした。これにより、銅箔の加工性の向上や不要な樹脂の除去が容易になることが期待される。

次に、加工基材の調製方法については、基本的な工程は昨年度と変わらない。ただし、材料を圧着する際の圧力を昨年度の2倍に増やしている。これは、レーザー光を照射した際の熱や衝撃に起因する材料の剥離を起りにくくするための措置である。

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、本研究では、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 LP-Z250)を用いている。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。

2.3 加工装置

加工装置の外観を図1に示す。走査光学系を内蔵したレーザーヘッドを金属製の容器の上部に設置している。実験では、容器前面の扉を開放し、容器内の所定の位置に加工基材を設置する(図2参照)。設置場所近傍には吸気口があり、レーザー加工中に発生するヒューム等を吸煙装置により除去する。加工中は、ヒューム等が容器外へ漏れないように前面扉を閉じるが、窓から内部の観察が可能である。窓材は直視すると有害なレーザー散乱光を遮蔽する素材でできている。また、今回の実験には使用していないが、ガス導入口も用意しており、この先に適当なノズルを付加することで、レーザー照射エリアへの不活性ガス等の吹きつけにも対応可能である。



図1 加工装置外観

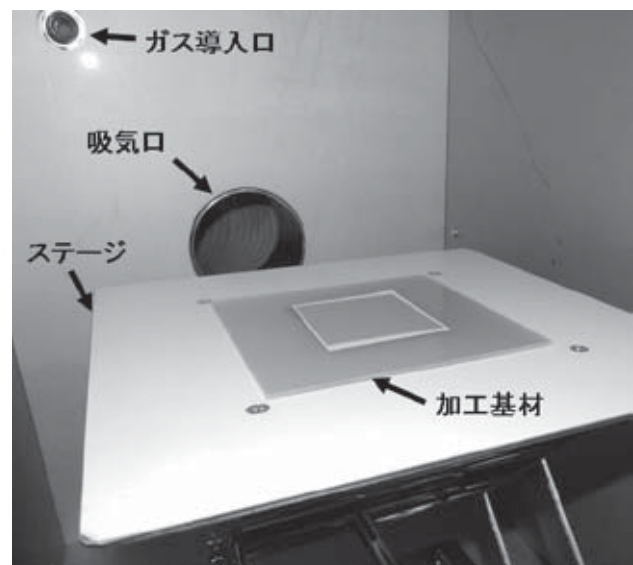


図2 加工基材設置場所

3. 結果と考察

昨年度までに、提案する手法に基づいて線幅1mmのテストパターンを作製することに成功した。本年度は、テストパターンの線幅の微細化に着手した。まず、昨年度と同じ条件で加工を行なったが、より微細なパターンを作成しようとする、銅箔への加工不良箇所が増加した。段階的にレーザーフルエンスを引き上げる実験も行なったが、銅箔の加工不良がなくなるレーザー

フルエンスでは、樹脂材の炭化が顕著になってしまった。そこで、前述したとおり、樹脂材を薄くすることにした。結果としては、目標とする線幅 $250\mu\text{m}$ の 패턴の作製時においても、レーザフルエンスは昨年度よりも若干低い $8\text{J}/\text{cm}^2$ で2回照射をすることにより銅箔に対して十分な加工が可能となった。

つぎに、樹脂材へのレーザの照射だが、やはり 패턴の微細化に伴い、変性が十分でない箇所が見受けられるようになった。各種の加工パラメータを変えながら実験を行なった結果、レーザフルエンスは昨年度よりもかなり低い $5\text{J}/\text{cm}^2$ とし、さらに走査速度 $3\text{m}/\text{s}$ で走査方向を変えて2回照射した場合に、最も均一に樹脂材を変性させることができた。

上記の条件でガラエポ基板上に作製したテスト图案の一部を図3に示す。テスト图案は線幅が 1mm 、 $500\mu\text{m}$ 、 $250\mu\text{m}$ のものを同時に多数作製している。図4には、線幅 $250\mu\text{m}$ の图案を拡大して示している。同図から、均一な線幅でエッジ部が非常にシャープな图案が作製できていることがわかる。また、実際の回路图案を模擬して作製したサンプルを図5に示す。このように、多様な形状で複雑に構成されている图案であっても問題なく作製することができた。

4. 結 言

提案する手法に基づき、レーザ加工条件を探索し、目標とする線幅 $250\mu\text{m}$ のテスト图案を作製することに成功した。今後は、作製した图案について、抵抗率などの電気的特性や、引き剥がし強度などの物理的特性の評価を行う。その後、実用化に向けて、作製時の工程を自動化に適するよう見直しを行う。また、高機能化の側面では、より微細な图案を作製できるようにするというチャレンジがある。これについても、今年度はまだ試行できていない各種ガスを吹きつけての加工などを行い、图案の微細化を行いたい。

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）

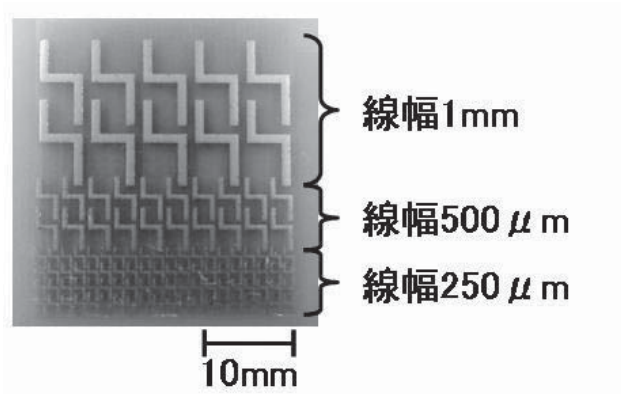


図3 線幅 1mm 、 $500\mu\text{m}$ 、 $250\mu\text{m}$ のテスト图案

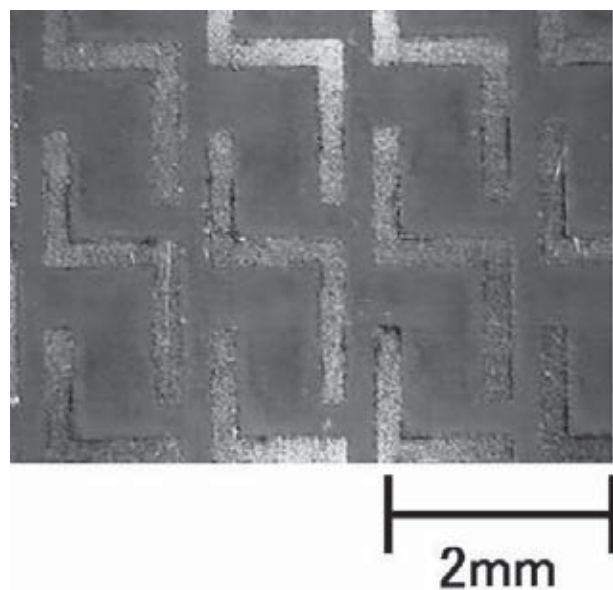


図4 線幅 $250\mu\text{m}$ のテスト图案の拡大写真

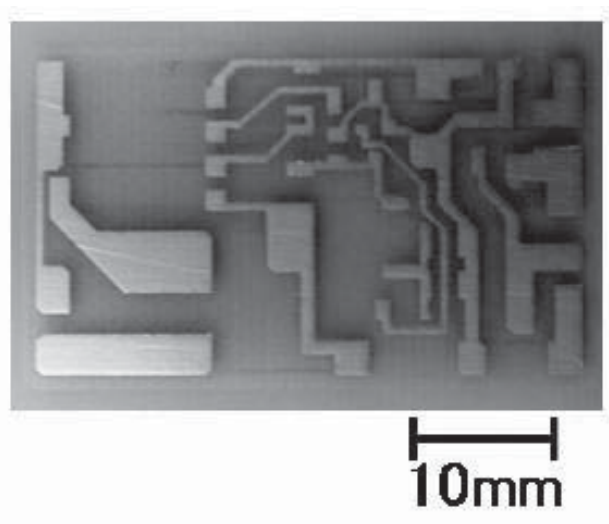


図5 試作した回路图案

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を用い、マイクロトレンチ構造を持った基材への均一コーティングに関する検討、および高周波グロー放電プラズマ併用による DLC 膜作製を行った。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、今後さらに広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年間の計画で行っており、本報は平成23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、プラズマソースイオン注入(PSII)法による精密金型へのDLC膜コーティングを目的としたマイクロトレンチ構造へのDLC膜作製、ならびにPSII法に加え、高周波グロー放電を併用した手法によるDLC膜作製と特性評価に関する研究結果をまとめた。

2. 実験方法

2.1 トレンチ構造へのDLC膜作製

基材には、深さ約10 μ mで、種々のアスペクト比を持つようにドライエッチングによりトレンチ構造を作製したシリコンウエハを用いた。シリコンウエハを超音波洗浄した後基板ホルダに取り付けた。DLC膜の作製には、負パルス電圧引加によるイオン注入が可能なPSII装置を用いた。プラズマの原料ガスとして、メタン(CH₄)およびアセチレン(C₂H₂)ガスを用いた。これらのガスを所定の流量チャンバー内に導入し

ながら、基材ホルダに対し、最大-18kV、周波数1kHzのパルス電圧、およびこれに重畳あるいは単独に最高-5kVのDC電圧を引加することによりDLC膜を作製した。基板ホルダに対し平行に対極を設置し、これに13.56MHzの高周波電力を印加することによるグロー放電プラズマを併用した成膜も行った。成膜後トレンチ断面の走査電子顕微鏡(SEM)観察によりトレンチ各部に生成したDLC膜の膜厚を測定した。DLC膜の化学構造についてラマン分光により調べた。膜硬度について、最大荷重200 μ Nのインデンテーション法により評価した。

2.2 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、同時に0.5から3.0kVのDCバイアス電圧を印加した。原料ガスにはC₂H₂ガスを用いた。対極間距離を80mmおよび100mmとし、C₂H₂ガス流量を10および20sccmとした。基板にはシリコンウエハを用いた。

2.3 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。

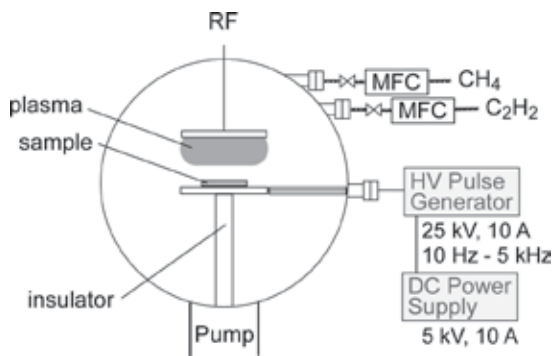


図1 高周波グロー放電を併用したPSII装置の概略図

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、DLC膜の硬度測定には最大荷重 $200\mu\text{N}$ 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 トレンチ構造へのDLC膜作製

トレンチの上部面、側面および底面に生成したDLC膜の膜厚を評価した結果、 -2kV のDC電圧印加のみで作製した試料では、側面と上面に生成したDLC膜の厚さ比は 0.39 と小さく、側面への生成は遅い。これは、DC電圧印加ではプラズマシースが基材から離れ、トレンチ内部にはプラズマが生成していないことによる。 -18kV のパルス電圧印加により側面と上面の厚さの比 0.61 が得られた。

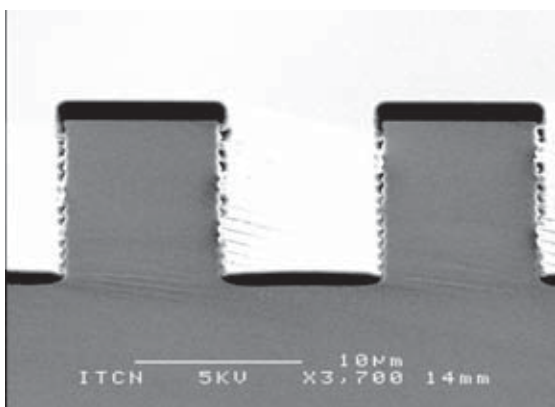


図2 パルス電圧 -18kV 、RF 100W で作製したDLC膜の断面SEM写真

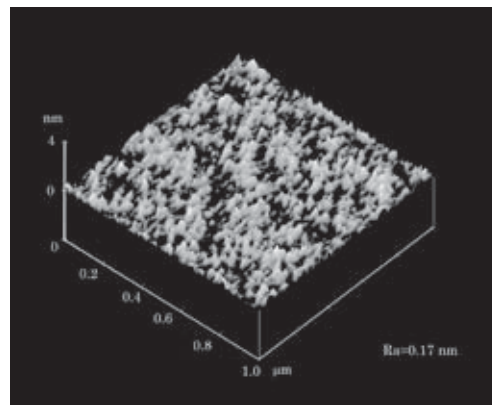


図3 パルス電圧 -18kV 、DC電圧 -2kV で作製したDLC膜のAFM写真

DLC膜の硬度はそれぞれ 15.6GPa および 16.2GPa であり、硬度を上げることおよび生成速度を上げるためにはプラズマ密度を高くする必要があり、基板ホルダと平行平板位置に対極を設置し、 100W の高周波を印加し、基材に -18kV のパルス電圧を印加した。トレンチ断面のSEM写真を図2に示す。側面と上面の厚さの比は 0.42 と小さく、 24.2GPa の高い硬度が得られた。また成膜速度も 800nm/h 程度まで高くなった。生成したDLC膜のラマン分光分析の結果、上部面について I_D/I_G 比は約 1.5 であり、通常DLC膜で得られている値と同程度であった。

精密金型への保護膜あるいは離型性膜としてDLC膜を利用する場合、膜の表面粗さが小さい必要がある。パルス電圧 -18kV 、DC電圧 -2kV で作製したDLC膜のAFMイメージを図3に示す。イメージ全体の平均粗さ R_a は 0.17nm であり、非常に平滑であることがわかる。

3.2 高周波グロー放電を併用して作製したDLC膜

DLC膜の成膜速度に及ぼす C_2H_2 ガス流量、電極間距離およびバイス電圧の効果を図4に示している。ガス流量 20sccm 、電極間距離 80mm 、DCバイス電圧 -2kV の成膜条件で $1\mu\text{m/h}$ の最大速度が得られている。図4の結果にはいくつかの傾向がある。成膜速度は、DCバイス電圧増加に伴い、電極間距離が短いほど、ガス流量が多いほど増加する傾向にあることがわかる。

図5に、DC電圧 -2kV 、ガス流量 20sccm 、電極間距離 80mm で作製したDLC膜のSIMSによる深さ分析結果を示している。すべての元素について、膜中での組成はほぼ一定であることがわかる。SIMSを用いるとDLC膜中の水素の検出が可能であり、水素イオ

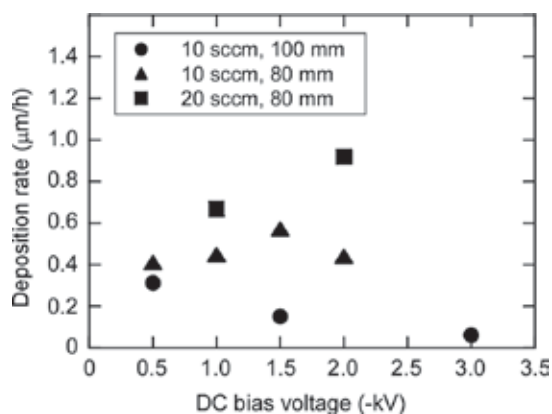


図4 成膜速度に及ぼすC₂H₂ガス流量、電極間距離およびバイス電圧の効果

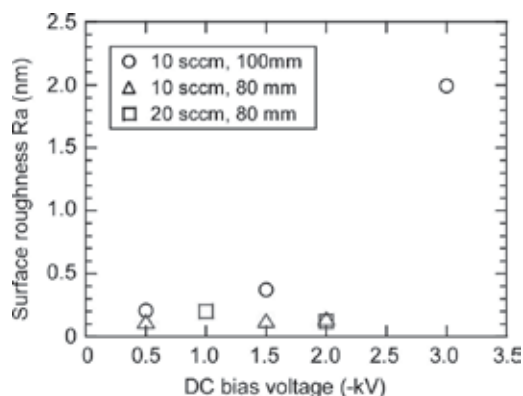


図6 表面粗さのDC電圧依存性

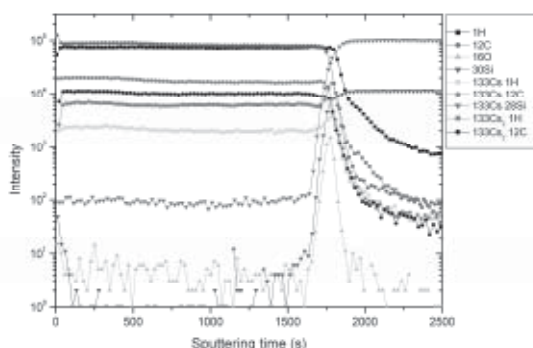


図5 DC電圧-2kV, ガス流量20sccm, 電極間距離80mmで作製したDLC膜のSIMS分析結果

ンの強度についてDC電圧依存性を調べた結果、DC電圧増加に伴い水素濃度が減少した。これは、DC電圧が高くなるのに伴いプラズマから吸引加速されるC-H_xイオンのエネルギーが高くなり、基材表面での衝突時に放出されるエネルギーが高くなり、分子イオンの分解が進んだことによると考えられる。

DLC膜の表面粗さはマイクロ金型へのコーティングにおいて重要な因子である。図6にAFMにより測

定した表面粗さRaのDC電圧依存性を示す。電極間距離80mmでは、いずれの膜についても0.12nmから0.37nmのRa値が得られ、非常に平滑である。一方、電極間距離100mmでは、DC電圧-1.5kV以下では平滑であるが、-3kVではRa値は増大し2nmとなった。このことは、高エネルギーの水素がDLC膜表面をスパッタすることに起因していると考えられる。

ラマンスペクトル測定はDLC膜の化学結合状態を知る方法として有効である。測定したすべての膜について、波数1000cm⁻¹から1700cm⁻¹の間にブロードなピークが見られ、いずれの膜についても非晶質構造を特徴とするDLC膜が得られていることがわかる。このブロードなピークを2つのガウス分布によりピーク分離した。高波数側をGピーク、低波数側をDピークと呼び、それぞれsp³混成軌道および六員環構造に起因している^{[1],[2]}。これらのピーク強度比I_D/I_GはDLC膜中のグラファイト構造の割合を示す指標として用いることができる。I_D/I_G比、ピーク位置およびGピークの半値幅(FWHM)を表1に示す。本研究で作製した膜のI_D/I_G比は1.36から0.46の間であり、RFを用いないで作製した通常のDLC膜の値約1.5より小さい。Gピーク位置は、

表1 DLC膜の作成条件、ラマン分光結果および膜硬度

Voltage (-kV)	C ₂ H ₂ flow rate (sccm)	Distance (mm)	I _D /I _G	Position of D peak (cm ⁻¹)	FWHM of D peak (cm ⁻¹)	Position of G peak (cm ⁻¹)	FWHM of G peak (cm ⁻¹)	Hardness (GPa)
DC 0.5	10	80	0.54	1340.7	297.5	1545.8	191.5	26.1
DC 1.0	10	80	0.96	1370.7	336.3	1546.6	176.5	22.3
DC 1.5	10	80	1.30	1381.1	340.8	1552.7	165.8	19.3
DC 2.0	10	80	0.95	1368.4	339.7	1545.0	187.8	26.4
DC 1.0	20	80	0.82	1359.2	318.7	1540.5	178.8	16.4
DC 2.0	20	80	1.36	1383.8	345.3	1554.3	169.3	22.8
DC 0.5	10	100	0.46	1335.8	298.5	1542.0	196.3	24.8
DC 1.5	10	100	0.98	1364.8	329.9	1541.3	171.5	23.6
DC 3.0	10	100	0.99	1376.4	307.0	1547.8	151.8	-

-2kV, 20sccm, 80mmのときの 1554cm^{-1} から-1kVのときの 1540cm^{-1} と低波数側にシフトした。表1の結果から、 I_D/I_G 比およびGピーク位置は、低いDC電圧において低い方にシフトすることがわかる。図7に

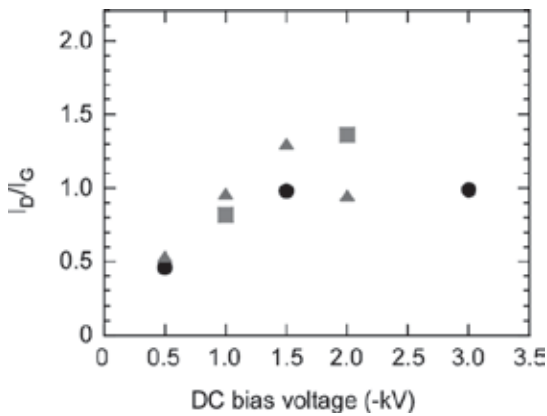


図7 I_D/I_G 比のDC電圧依存性。

(●) 10 sccm 100 mm, (▲) 10 sccm 80 mm and (■) 20 sccm 80 mm.

I_D/I_G 比のDC電圧依存性を示している。 I_D/I_G 比の減少は sp^2 結合によるクラスターサイズの減少および sp^3 混成軌道による結合の増加を示している。GピークおよびFWHM値については、DC電圧が低くなるに伴いGピーク幅が広くなり、また I_D/I_G 比が低くなっている。これは、DC電圧低下に伴い成膜中のイオン照射エネルギーが低くなり、クラスターサイズが小さくなることによると考えられる。図4の成膜速度および図7の I_D/I_G 比のDC電圧依存性は類似してしている。このことは、三つの成膜パラメータおよびプラズマ状態がDLC膜の構造に影響を及ぼしていることがわかる。

DLC膜の硬度を表1にまとめている。硬度は16.4GPaから26.4GPaの範囲にあり、RF電力を印加しない時の値約19GPaに比べると高い値が得られている。硬度は低および高DC電圧において高くなる傾向にあり、通常のDLC膜の硬度より40%程度高くなっている。

種々の条件で作製したDLC膜のトライボロジー特性について、ball-on-disc試験により評価した。図8に摩擦係数のディスクの回転数依存性を示している。全ての膜について0.08以下の低い摩擦係数が得られている。特に、DC電圧-0.5kVおよび-2kVのとき低い値が得られ、7000回後でも約0.04の非常に低い値が得られている。

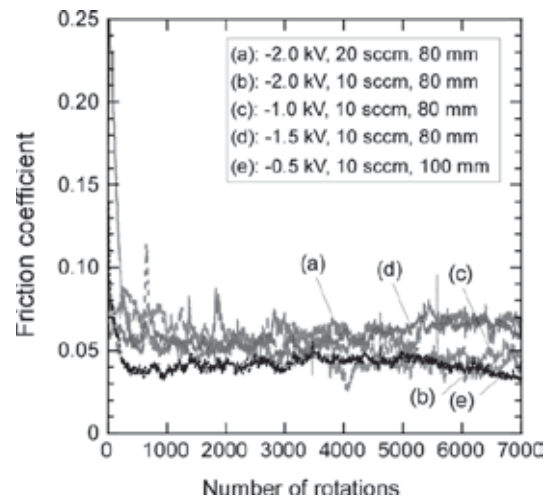


図8 摩擦係数のディスクの回転数依存性

4. 結 言

本研究において、精密産業への応用を目的として、マイクロトレンチへのDLC膜コーティングおよびRFアシストグロー放電を併用した方法によりDLC膜を作製し、膜構造および特性について検討した。以下に研究結果を要約する。

- (1)10 μm 幅の種々アスペクト比を有するトレンチに対し、成膜条件を調整することにより、上面と側面での膜厚比0.61のDLC膜コーティングが可能となった。
- (2)RFを印加することにより硬度24.2GPaの高い硬度が得られた。
- (3)DLC膜作製時にRF電力印加によるプラズマは成膜速度を高くすること、および硬度を従来の1.5倍に高くすることができる。
- (4)RFアシストPSIIにより作製したDLC膜について、作製条件が膜構造、膜特性に及ぼす効果が明らかとなった。摩擦係数について、0.04の低い値が得られた。

参考文献

- [1] J. Robertson, Mater. Sci. Eng. R. 37, 129 (2002).
- [2] A. C. Ferrari, J. Robertson, Phys. Rev. B 61, 14095 (2000).

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て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、ステンレス鋼等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。そこで、環境問題等を考慮して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、平成22年度のTiAlNコーテッド超硬エンドミル工具（A社製）を使用したステンレス鋼（SUS304）のエンドミル切削加工実験に引き続き、炭素鋼（S45C）のエンドミル切削加工実験を行った。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。また、被削材の種類（炭素鋼（S45C）、ステンレス鋼（SUS304））の違いによる検討も行った。

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て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。

瀧内らは、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]~[13]}を行った。

平成22年度のTiAlNコーテッド超硬エンドミル工具を使用したステンレス鋼（SUS304）のエンドミル切削加工実験に引き続き、平成23年度は同工具を用いて炭素鋼（S45C）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。また、被削材の種類（炭素鋼（S45C）、ステンレス鋼（SUS304））の違いによる検討も行った。

2. 実験方法

実験は基本的に前報^[13]と同様とした。実験装置は、汎用フライス盤（牧野フライス製（KVJP55））を用いた。被削材は、炭素鋼（S45C）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）を使用した。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、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、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、エンドミル工具の刃先における逃げ面摩耗幅が100 μ m以上、または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、表面粗さとの関係

図1は、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、△印は切削油剤を用いた時の結果である。切削油剤、ミストを使用した場合のいずれも、切削距

離2mにおいて、逃げ面摩耗幅が約80 μm であった。

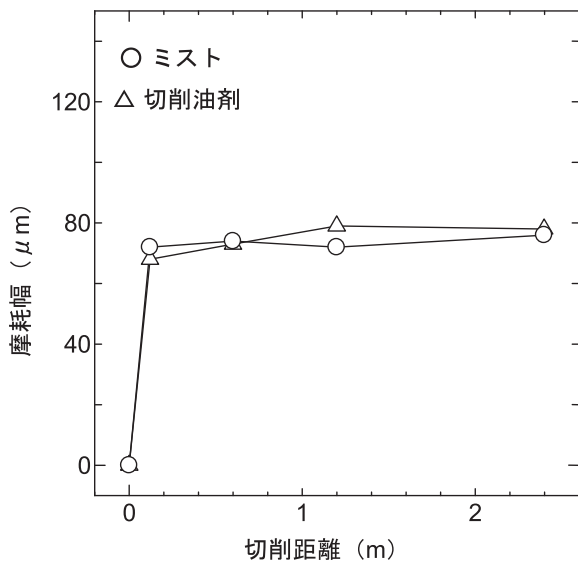
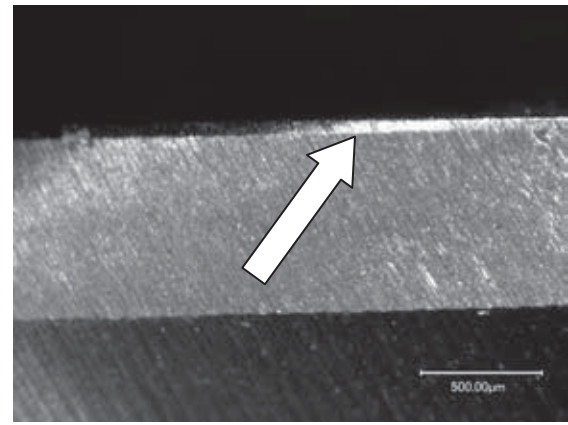


図1 摩耗幅と切削距離との関係

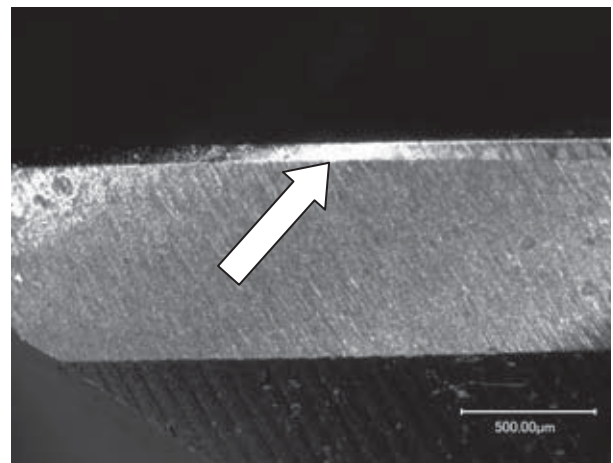
図2は、切削距離2mにおけるエンドミル工具の刃先の摩耗を示す。切削油剤、ミストのいずれにおいても、工具刃先の剥離、チッピングが観察されなかった。

図3は、切削油剤、ミストを用いた時の表面粗さ(R_y)と切削距離との関係を示す。図中の表面粗さ(R_y)の値はY方向(工具の軸方向)の表面粗さ(R_y)の値を示し、○印はミスト、△印は切削油剤の結果である。

前報^[13]と同様に、Y方向(工具の軸方向)の表面粗さ(R_y)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(R_y)に比べて、高い値を示した。表面粗さ(R_y)は、ミストを使用した場合、約1 μm であり、切削油剤を使用した場合、表面粗さ(R_y)は約2 μm であった。



(a) 切削油剤



(b) ミスト

図2 切削油剤、ミストにおけるエンドミル工具刃先の摩耗

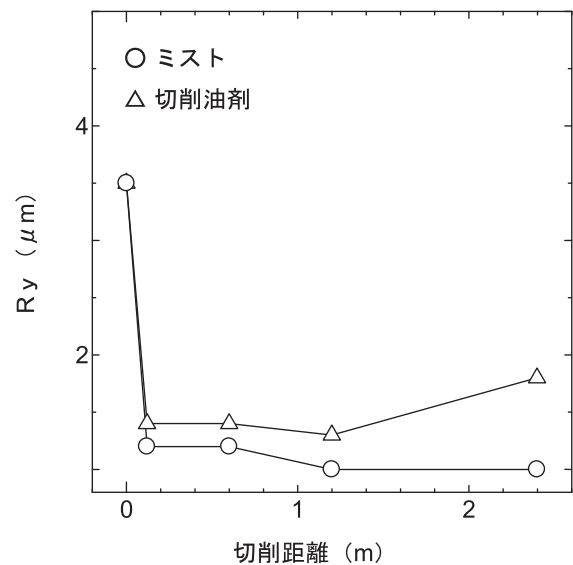


図3 表面粗さ (R_y) と切削距離との関係

3.2 切削油剤を用いた時の炭素鋼、ステンレス鋼における工具刃先の逃げ面摩耗幅、表面粗さとの関係

図4は、切削油剤を用いた時の炭素鋼(S45C)、ステンレス鋼(SUS304)におけるエンドミル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△印は炭素鋼(S45C)の結果、▲印はステンレス鋼(SUS304)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、炭素鋼(S45C)、ステンレス鋼(SUS304)の逃げ面摩耗幅は、約80 μ mであった。

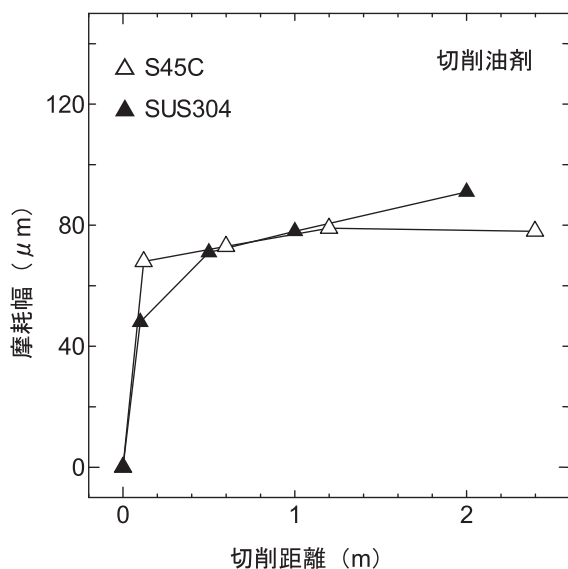


図4 摩耗幅と切削距離との関係

図5は、切削油剤を用いた時の炭素鋼(S45C)、ステンレス鋼(SUS304)における表面粗さ(Ry)と切削距離との関係を示す。図中の△印はS45Cの結果、▲印はSUS304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、炭素鋼(S45C)の表面粗さ(Ry)は約2 μ mに対して、ステンレス鋼(SUS304)の表面粗さ(Ry)は約3.5 μ mとなった。炭素鋼(S45C)は、良好な表面粗さの結果となった。

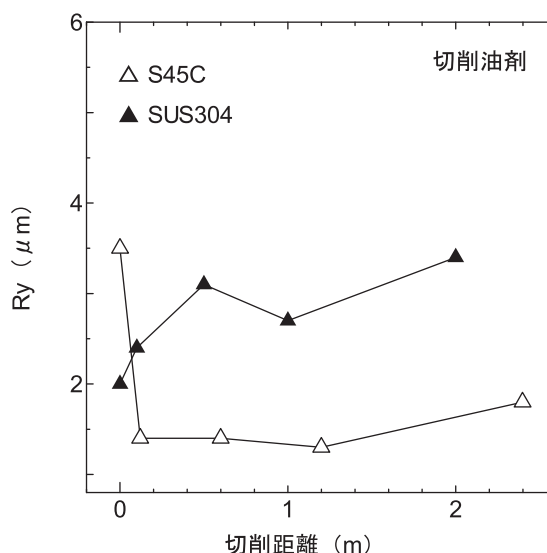


図5 表面粗さ(Ry)と切削距離との関係

3.3 ミストを用いた時の炭素鋼、ステンレス鋼における工具刃先の逃げ面摩耗幅、表面粗さとの関係

図6は、ミストを用いて炭素鋼(S45C)、ステンレス鋼(SUS304)を切削加工した時のエンドミル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○印は炭素鋼(S45C)の結果、●印はステンレス鋼(SUS304)の結果である。

ステンレス鋼(SUS304)では切削距離0.5mで工具表面のコーティング膜の剥離が発生し、工具摩耗が著しく大きい結果となったが、炭素鋼(S45C)は工具表面の剥離等が発生しなかった。

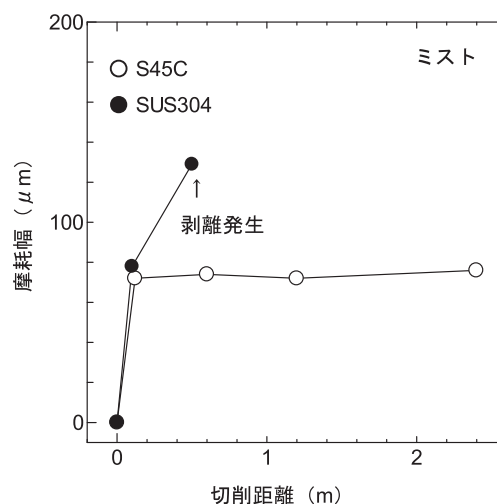


図6 摩耗幅と切削距離との関係

図7は、ミストを用いた時の炭素鋼(S45C)、ステンレス鋼(SUS304)における表面粗さ(Ry)と切削距離との関係を示す。図中の○印は炭素鋼(S45C)の結果、●印はステンレス鋼(SUS304)の結果である。

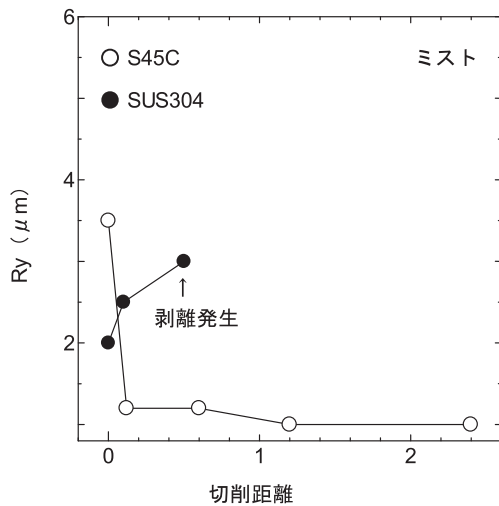


図7 表面粗さ (Ry) と切削距離との関係

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、ステンレス鋼 (SUS304) の表面粗さ (Ry) は約3μm (切削距離0.5m) に対して、炭素鋼 (S45C) の表面粗さ (Ry) は約1μmであり、良好な表面粗さの結果が得られた。

4. 結 言

TiAlNコーテッド超硬エンドミル工具 (A社製) の炭素鋼 (S45C) 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。また、被削材の種類 (炭素鋼 (S45C)、ステンレス鋼 (SUS304)) の違いによる検討も行った。その結果は、以下のとおりである。

(1) 炭素鋼 (S45C) において、切削油剤とミストを比較した結果、工具刃先の逃げ面摩耗幅は、約80μmであり、同程度であった。ミストを使用した場合、切削油剤に比べて表面粗さ (Ry) がやや良好な結果が得られた。

(2) 切削油剤を使用した場合、炭素鋼 (S45C) の結果はステンレス鋼 (SUS304) の結果に比べて、表面粗さ (Ry) がやや良好な結果が得られた。ミストを使用した場合、炭素鋼 (S45C) の結果はステンレス鋼 (SUS304) の結果に比べて、工具摩耗、表面粗さ (Ry) がやや良好な結果が得られた。ステンレス鋼 (SUS304) において、ミストを使用した場合に工具表面のコーティング膜が剥離した。

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
- [13] 瀧内直祐：長崎県工業技術センター研究報告40(2010)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3報)

工業材料科 主任研究員 重光保博

標記研究課題(平成21-23年度)の総括として、研究目標・達成項目・今後の課題について報告する。本課題の目的は、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」に基づく創薬技術の有効性を検証することであった。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。本第3報では、DJ-1とCompound A,B/CについてドッキングスタディおよびMM(QM)-PBSA法による結合自由エネルギー計算を行い、実験値と比較検討した。

1. 緒言

近年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)に対して、高精度な第一原理シミュレーションの導入が活発に研究されている。これは、計算インフラやソフトウェアの発展の結果、従来は不可能であった高コスト計算をタンパク質へ適用する環境が整ってきたことが大きい。

創薬の出発点となるリード化合物の探索・選択は、構造最適化、in vitroスクリーニング、臨床試験、市場化に至る一連のプロセスにおいて、成否を決める大きな要因である。コンビナトリアルケミストリ+ハイスループットスクリーニングによる網羅的探索は、必ずしも化学的多様性を十分に反映したケミカルスペース探索に結びつかないケースも多いため、SDBBやインフォマティクス解析との融合によって、リード化合物の合理的選択が試みられている。また、インシリコSDBBはリード化合物の最適化手法として広く普及しており創薬現場で活用されている。

本研究では、インシリコSDBB創薬の有効性検証を目的として、小タンパク質DJ-1(図1)と3種類のリガンドCompound A,B/C(図2)に対して、実験的に求められている結合自由エネルギーと理論計算値との比較検討を行った^[1]。

2. 手法

2.1 Fragment MO(FMO)法^[2]

FMO法は、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

を保持しているうえに、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間の相互作用解析によって、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。

2.2 DJ-1タンパク質

神経細胞の消失に従って序々に進行するパーキンソン病(家族性PARK7因子)は、Chain A/Bからなるタンパク質DJ-1(約22kDa, 378残基)の酸化変性による機能喪失が一因と考えられている^[3]。

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、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]。

2.3 シミュレーションおよび評価

還元型(正常)DJ-1の初期構造として、Protein Data Bankの1UCF^[5]を用いた。1UCFはchain A,Bからなる2量体であるが、本研究にはCYS106が属するChain Aのみを用いた(CYS106周辺サイトはChain Bから十分離れており相互作用が小さいことを確認)。

リガンドとして、CYS106に特異的に結合する化合物2種(Compound A, Compound B)および結合しない1種(Compound C)^[4]を用いた。DFT(B3LYP)/6-31G(d)レベルで構造最適化後、RESP電荷を求めてGAFF力場と共に割り付けた。compound C中のケイ素原子にはGAFF力場パラメーターがないため、sp³炭素で代用した。

1UCFから結晶水を省き、CYS106周辺20Å以内をbinding siteとして選択し、Compound A,B,Cとのドッキング計算を行い、最安定ポーズをMD計算の初期構造とした。

MD計算は、12x12x12 cubic cell中に上記構造を浸して周辺に水(TIP3P)を配置して周期境界条件を課し、AMBER03力場によるエネルギー極小化、昇温(50ps)、密度平衡化(50ps)、平衡化(500ps)の後、1atm、300Kで10nsのNPT-production runを実行した。

ドッキング計算にはArguslab ver.4 (スコア関数 Argusdock, flexible docking)、MD計算・トラジェクトリー解析・MM-PBSAにはAMBER ver.11、FMO計算(one-layer RHF,MP2/6-31G(d): 2体相互作用近似)にはGAMESS-US ver.2009を用いた。

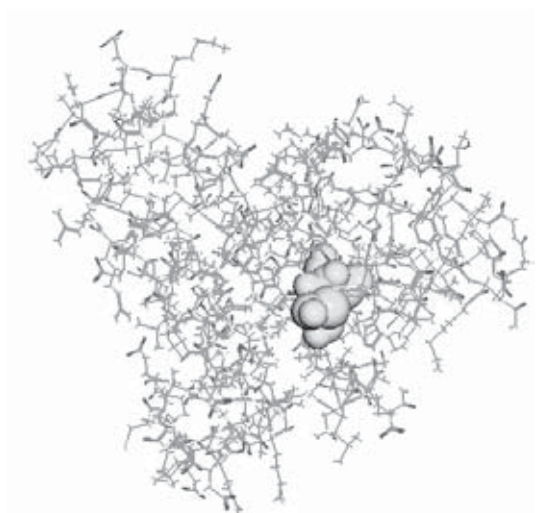


図1 DJ-1タンパク質(3EZG: Chain A)の構造と活性サイトC106(CPK表示)

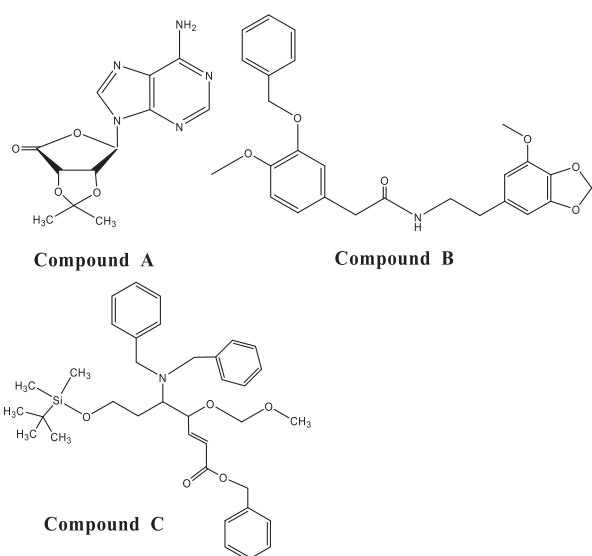


図2 使用した3種のリガンド化合物

3. 解析結果と議論

約30000個の化合物ライブラリから、DJ-1のCys106サイト近傍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の結果、それらのサイト親和性が実験結果と一致することが報告されている^[4]。

まず、この検証を目的として、Arguslab ver.4によるドッキングスタディを行った。

1UCF結晶構造を用いたドッキング計算では、Compound A,BはCompound Cよりも大きなスコア値(結合エネルギー)が算出され、実験結果を定性的に再現するが、スコア値の差は小さい(3kcal/mol以内)。1UCFとcompound Aとのドッキングスコアについて構造変化の影響を調べるため、結晶構造I(水分子を全て除去)/結晶構造II(ポケット内の4つの水分子を残す)/最適化構造(AMBER03力場)/MDスナップショット(2 ns)の各4ケースを比較すると、相対差は2kcal/mol以内に収まっており、ドラスティックな構造変化は起きていないことが示唆される。

1UCF+Compound A/B/Cの3ケースについて、MD計算のトラジェクトリー解析を行い、backbone C α 炭素のRMSDを計算した結果、3つとも2.5 nsでほぼ平衡化が達成されていると判断された(図3)。1UCF+Compound A系について、compound Aと近傍アミノ酸残基との重心距離の時間発展を解析した。5-15 Åの範囲で比較的大きな揺らぎが観測され、2.5ns以降に重心距離が全体的に大きくなって乖離の兆候が観測された(図4)。

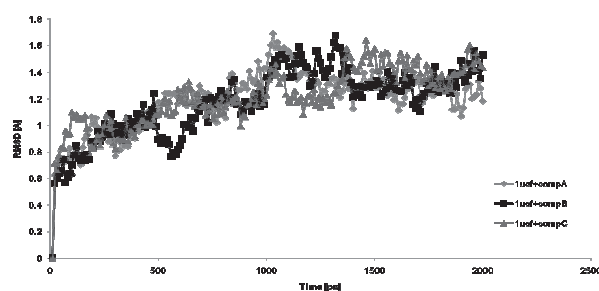


図3 1UCFとCompound A,B,C系に対するBackbone CのRMSD値の時間変化

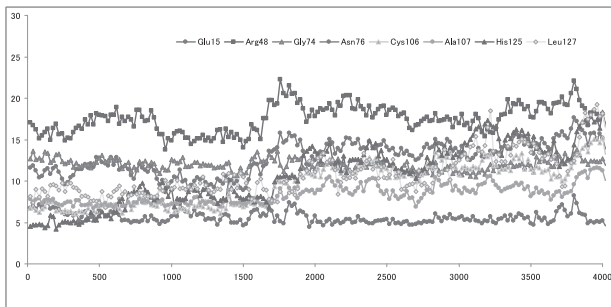


図4 compound Aと1UCF各近傍フラグメントとの重心距離時間変化

次に2-2.5 nsのスナップショット100枚を用いて、MM-PBSA計算を行った。MM-PBSA計算では、力場項・溶媒和項・エントロピー項のスナップショット平均和として結合自由エネルギーを算出した。力場項については、FMOによっても別途算出した(QM-PBSA)。溶媒和項のうち、非分極項についてはSCRF法ではなく、従来のsolvent accessible surface area (SASA)を用いて計算した。エントロピー項はAMBER ver.11のNABモジュールを用いて計算した。

$$\Delta G_{bind} = \Delta E_{MM} + \Delta G_{Solv}^{PBSA} - T\Delta S$$

$$G_{Solv} = G_{Solv}^{polar} + G_{Solv}^{non-polar}$$

結合エネルギーが正になった原因として、エントロピー項の問題と推定される。QMによる力場項の再評価の結果、MMより大きな安定化エネルギーが得られるが、MP2によるdispersion項の考慮が必須であり、HFレベルではMMよりも悪化する(表1)。

表1 MM(QM)-PBSA による結合自由エネルギー計算値と実験値の比較

	ΔE_{MM}		ΔE_{MM}^{QM}		ΔG_{Solv}^{polar}		$\Delta G_{Solv}^{non-polar}$		$-T\Delta S$	ΔG (kcal/mol)				
	ΔE_{MM}		ΔE_{MM}^{QM}		ΔG_{Solv}^{polar}		$\Delta G_{Solv}^{non-polar}$			ΔG_{SASA}		ΔG_{PBSA}		Exp ^(a)
	ΔE_{MM}	ΔE_{MM}^{QM}	ΔE_{MM}^{QM}	ΔE_{MM}^{QM}	OBSA	PBSA	OBSA	PBSA		MM	MP2	MM	MP2	
CompA	-24.2	-33.0	-20.7	-6.90	38.3	40.1	-1.73	-2.99	18.8	-3.25	34.6	-0.14	35.2	-9.37
CompB	-10.7	-32.1	-5.15	-7.14	23.2	26.8	-3.16	-3.94	25.6	2.02	40.5	6.36	43.3	-8.02
CompC	-7.01	-31.1	-24.0	-4.56	20.0	29.2	-3.26	-4.65	34.3	11.4	27.0	20.6	35.1	—

^(a) $\Delta G = RT \ln(K_i) = 1.364 \log(K_i)$ (at 298.15K)

次に、1UCF+compound A,Cについて、フラグメント相互作用解析(IFIE)および結合サイト近傍図を示す。結合自由エネルギーが大きいcompound Aのケースでは近傍アミノ酸残基との特異的相互作用が現れる(図5、図6)、親和性が観測されないcompound Cのケースでは特異的IFIEが現れず全体に分散していることが明瞭である(図7、図8)。

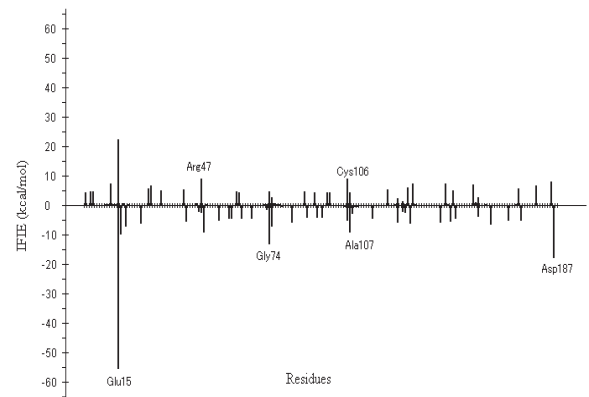


図5 compound Aと1UCFのIFIE

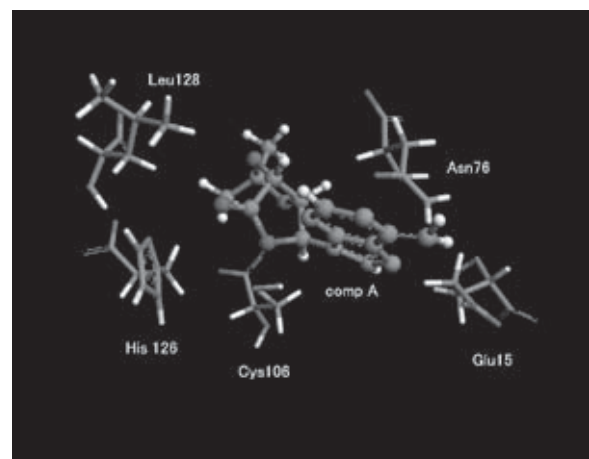


図6 compound Aと近傍アミノ酸残基

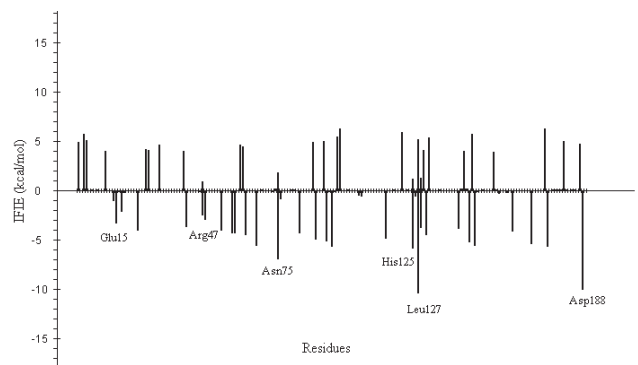


図7 compound Cと1UCFのIFIE

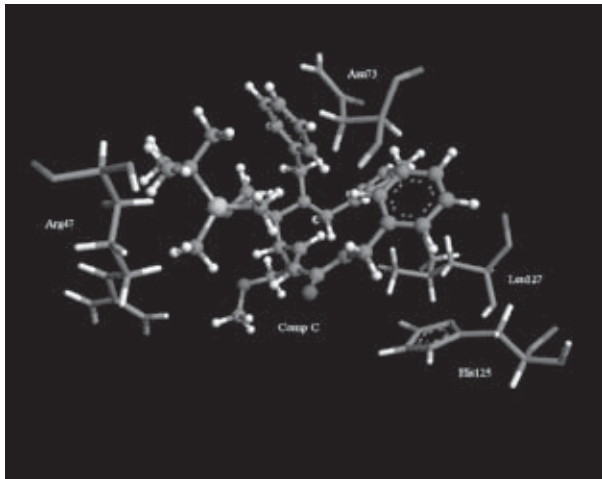


図8 compound Cと近傍アミノ酸残基

4. 結 言

本研究課題では、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検証が目標であった。DJ-1のCys106近傍を受容体ターゲットとしてCompound A,B,Cとのドッキングスタディを行い、力場・MM-PBSA・QM(FMO)-PBSAによる結合親和性を評価した。MM-PBSAとQM(FMO)-PBSAにおいて顕著な結合自由エネルギー改善は得られなかったが、これは各寄与項の誤差相殺がMM-PBSAレベルで良好に働いたためと推測される。エントロピー項はDJ-1の振動解析(力場レベル)に基づいて評価したために大きな誤差を内包していることに加えて、PBSAスキームに基づく溶媒項の定量性にも限界があると考えられる。

今後の課題として、結合自由エネルギーに対する上記各寄与項の計算精度向上が挙げられる。現在のリガンド-タンパク質相互作用の定量的評価手法は、相互作用部位の量子力学的評価に加えて、溶媒効果やエントロピー項の定量的評価が障害になっている。この問題を解決できれば真に実用レベルのIT創薬が期待される。また、Induced-Fitのようにターゲットタンパク質の構造揺らぎが本質的である場合には、ms～sスケールの超長時間MD計算も必要となる。本研究課題の最終ミッションである長崎県内でのIT創薬振興へ貢献するため、最先端の計算インフラを用いた先駆的研究手法を今後も積極的に導入してゆく予定である。

5. 謝 辞

本研究課題のうち、FMO計算の一部は九州大学情報基盤研究開発センターの計算機システムで実行した。

本研究課題の遂行にあたり、以下の関係各位のご厚意とアドバイスに感謝する。

有賀寛芳教授(北海道大学薬学研究院)：DJ-1に関する生化学データ

山邊時雄特任教授(長崎総合科学大学)：創薬シミュレーションの展望

北浦和夫教授(京都大学大学院薬学研究科)：FMO法の使用方法

末永正彦講師(九州大学理学部)：フラグメント分子軌道法GUI「FACIO」の使用法

参考文献

- [1] Shigemitsu, Y.; *Int.J.Quant.Chem.* (in press 2012)
- [2] Kitaura, K.; Fedrov, D.G. (Eds.), *The Fragment Molecular Orbital Method*, CRC press, 2009.
- [3] Zhou, W.; Zhu, M.; Wilson, M.A.; Petsko, G.A.; Fink, A.L.; *J.Mol.Biol.*, 2006, 356, 1036.
- [4] Miyazaki, S.; Ariga, H.; et al. *J Neurochemistry* 2008, 105, 2418.
- [5] Honbou, K.; Suzuki, N.; Horiuchi, M.; et al., *J.Biol.Chem.* 278 31380 (2003)
- [6] Blackinton, J.; et al, *J.Biol.Chem.*284 6476 (2009)

ポリイミド樹脂の高機能化とフィルム基板への応用

工業材料科 主任研究員 市瀬 英明
佐世保工業高等専門学校 教授 古川 信之

ポリイミド樹脂は、プリンタブル・エレクトロニクス分野において、有望な材料として期待されている。しかし、接着、またはコーティングされる相手材料（主に金属）との熱膨張率の違いから、接合面における剥離や製品の変形が危惧されている。このようなことから、ポリイミド樹脂には「高耐熱・低熱膨張性」と「可とう性」（柔軟で良好な折り曲げ特性）、が求められている。本研究では、このような業界要望に即したポリイミド樹脂を開発する。最終的に、県内企業と共同でフレキシブル銅張積層板を試作し、密着試験等の実証評価を行う。平成23年度は、ポリイミドのベース樹脂を合成検討し、併せて、ナノシリカとの複合を試みた。ポリイミド樹脂とナノシリカを複合することで、線熱膨張係数の低下が確認された。しかし、ナノシリカ複合率20%以上では、フィルムが急激に脆化することを確認した。

1. 緒言

ポリイミド樹脂は、卓越した耐熱性、耐薬品性に加えて優れた機械強度、電気特性を有するため、エレクトロニクス、各種産業用機械、航空宇宙などの分野において高性能部材として広範に用いられている。とくに、主鎖に剛直な芳香複素環を有する耐熱性高分子の多くが、不溶・不融のために加工が難しいなかで、ポリイミド樹脂は前駆体のポリアミック酸が有機溶剤に高濃度で溶解し、容易にフィルム化が可能であることから、高性能膜材料、フィルム材料として活用されている^{[1],[2]}。近年はとりわけ、プリンタブル・エレクトロニクス分野において期待が高まっている。しかし、接着、またはコーティングされる相手材料（主に金属）との熱膨張率の違いから、接合面における剥離や製品の変形が危惧されている。そこで、本研究では、当業界ニーズの高い「高耐熱・低熱膨張性」と「可とう性」（柔軟で良好な折り曲げ特性）を両立する新規なポリイミド樹脂を開発する。

2. 実験方法

2.1 試料及び試薬

本研究において使用したポリイミド樹脂原料、および溶剤等は、市販品の試薬をそのまま用いた。ポリイミド樹脂／シリカ複合フィルムの作成におけるシリカ原料には、コロイダルシリカDMAC-ST（平均シリカ粒径: 10～20nm、N,N-ジメチルアセトアミド分散液、固形分濃度: 20wt%、日産化学(株)製）を用いた。なお、使用したポリイミド樹脂原料の名称と本文中で使用する略号を以下に示す。

＜テトラカルボン酸二無水物＞

・4,4'-オキシジフタル酸無水物（以下ODPAM）

＜ジアミン＞

・4,4'-ジアミノジフェニルエーテル（以下ODA）

・3,3'-[スルホニルビス(p-フェニレンオキシ)]ジアニリン（以下BAPSM）

2.2 ポリアミック酸(ポリイミド樹脂前駆体)の合成、およびポリアミック酸／シリカ複合ワニスの調製

300mL容セパラブルフラスコに所定量のジアミン、およびN-メチルピロリドン(NMP)を仕込んだ。NMP量は、得られるポリアミック酸の濃度が20%になるように調整した。常温で攪拌し、ジアミンを完全に溶解させた後、内温が30℃を超えないよう、所定量の二酸無水物を少量ずつ添加した。窒素雰囲気下で16時間の攪拌を続け、ポリアミック酸溶液として得た。

ポリアミック酸溶液をポリカップに秤量し、DMAC-STの所定量を添加した。攪拌脱泡ミキサーで十分に混合・脱泡することにより、ポリアミック酸／シリカ複合ワニスとして得た。

2.3 ポリイミド樹脂／シリカ複合フィルムの作製

前節で得たポリアミック酸／シリカ複合ワニスを、離型フィルムを貼付したガラス板上に塗布した。塗布厚さは、硬化後のフィルムの厚さが20～30 μ mになるように調整した。塗布後、送風乾燥機を用いて80℃にて約2時間、乾燥した。その後、フィルムを離型フィルムから剥がし、金枠に固定して窒素雰囲気下にて加熱処理した。加熱条件は、100℃×1時間→150℃×1時間→200℃×1時間→250℃×1時間→300℃×2時間とした。放冷後、金枠から外して、ポリイミド樹脂／シリ

カ複合フィルムとして得た。

2.4 測定と分析

【線熱膨張率(CTE)】得られたポリイミド樹脂/シリカ複合フィルムから長さ13mm×幅5mmの短冊状試験片を切出した。チャック間距離10mmにて引張モードの熱機械測定(島津製作所製、TMA-60を用いた)を行い、熱膨張曲線から平均線熱膨張率(CTE、50℃～200℃)を求めた。測定条件は、30mL/minの窒素気流下、初期荷重10mN、昇温速度5℃/minとした。

【ガラス転移温度(Tg)】前項の熱機械測定において得られた熱膨張曲線の変曲点をガラス転移温度とした。

【可とう性】得られたポリイミド樹脂/シリカ複合フィルムを90°折り曲げ、再び広げたときの状態を目視で判定した。ヒビ、割れが生じることなく、元の状態に広げることができたものを○、ヒビ、割れが生じたものを△、完全に割れたものを×と判定した。

3. 結果と考察

図1にポリイミド樹脂フィルムの例を示す。シリカ含有率0%では淡褐色透明を呈した。この透明度は、シリカと複合することにより低下し、淡褐色のままであるが、不透明になる傾向にあった。シリカ含有率20wt%以上では、急激にフィルムが脆化し、フィルム硬化工程において離型できなかつた。このため、シリカ含有率15wt%までの試料において特性を評価した。

表1にODPAM/ODA系ポリイミド樹脂をマトリクスとしたポリイミド樹脂/シリカ複合フィルムの特性を、表2にODPAM/BAPSM系ポリイミド樹脂をマトリクスとしたポリイミド樹脂/シリカ複合フィルムの特性を示す。いずれの系においても、シリカ含有率の増加とともに、CTEが抑制されることが確認できた。その一方で、Tgはシリカ含有率によって顕著な変化は見られず、ほぼ一定だった。また、可とう性については、シリカ含有率の増加に従って低下する傾向にあったが、ODPAM/BAPSM系ポリイミド樹脂をマトリクスに用いた場合は、その可とう性の低下が幾分抑制されることがわかった。

今回の複合方法では、CTEがシリカ含有率の増加とともに低下することが確認できたが、Tgはほぼ一定の結果となった。これは、複合化したシリカがポリイミド樹脂の分子運動を束縛するまでに至っていないことを示唆している。より高い複合効果を発現させるためには、複合方法に検討の余地があると考えられる。



図1 ポリイミド樹脂フィルム(一例)

表1 ポリイミド樹脂/シリカ複合フィルムの特性
(ODPAM/ODA系ポリイミド樹脂)

試作No.	1	2	3	4	5
SiO ₂ 含有率 [wt %]	0	2	5	10	15
CTE [ppm]	112	86	84	72	62
Tg [°C]	223	231	228	225	225
可とう性	○	○	○	△	×

表2 ポリイミド樹脂/シリカ複合フィルムの特性
(ODPAM/BAPSM系ポリイミド樹脂)

試作No.	1	2	3	4	5
SiO ₂ 含有率 [wt %]	0	2	5	10	15
CTE [ppm]	64	62	56	48	56
Tg [°C]	231	230	233	238	231
可とう性	○	○	○	○	△

4. 結言

- 1) ポリイミド樹脂とナノシリカを複合することで、線熱膨張係数の低下が確認された。
- 2) ナノシリカ複合率20wt%以上では、フィルムが急激に脆化することを確認した。
- 3) より高い複合効果を得るためには、複合方法に検討の余地あると考えられる。

参考文献

- [1] 横田力男, 安藤慎治ら: “最新ポリイミド”, エヌ・ティー・エス (2010)
- [2] 古川信之: 接着, 49, pp.15-26 (2005)

県産地域資源を活用した調味料素材の開発

食品・環境科 主任研究員 玉 屋 圭
食品・環境科 主任研究員 芋 川 あゆみ
食品・環境科 研 究 員 前 田 正 道

本研究では呈味性の高い調味料素材の開発を目的として、県産水産物を原料とした酵素分解エキスを調製し、エキス生成、タンパク質分解に関する項目を測定したので報告する。

1. 緒 言

本県はちゃんぽん、そうめん、うどんなどの麺類が特産品としてあげられ、県外にも広く販売されている。その一方で、県産の麺類の美味しさを引き出す高品質のだし・スープの開発が期待されており、優れた呈味性を有する調味料素材・エキスの開発が望まれている。本県は豊富な農水産物に恵まれており、トビウオ、椎茸など核酸系化合物^[1]、アミノ酸^[2]などの旨味成分を含むものが多く生産されている。

本研究では、旨味成分を含む県産農水産物を酵素分解処理に供することにより、呈味性に優れた調味料素材を開発する。さらに、これら麺類に適したスープ・だしを製造するための素材を味認識装置などの測定技術により開発する。今年度は、トビウオを原料とした酵素分解エキスを調製したので報告する。

2. 実験方法

酵素は至適pHが異なる市販製品4種(表1)を使用した。原料として市販の乾燥トビウオ粉末を使用した。粉末2～3gに10倍量の熱水を添加し、各酵素の至適pHに調整(酸性; 4.0、中性; 7.0、塩基性; 10.0)した。次いで、酵素を添加し、反応(3時間、各酵素の至適温度(40～50℃))を行った。沸騰水中で10分間加熱し反応を停止し、ろ過・残さの洗浄を行った。回収したろ液を濃縮・乾燥し、粉末サンプルを得た。

表1 検討に使用した酵素

酵素種類	至適 pH	由 来
酸性	4.0	<i>Aspergillus sp.</i>
中性1	7.0	<i>Aspergillus sp.</i>
中性2	8.0	<i>Aspergillus sp.</i>
塩基性	10.0	<i>Bacillus licheniformis</i>

エキスの評価は原料からの生成率、遊離アミノ酸量を示すホルモール窒素量を測定することにより行った。ホルモール窒素はしょうゆ試験法記載の方法^[3]により測定した。

味測定は以下の手順で行った。酵素分解エキスの乾燥粉末0.1gを熱水100ml中で5分間攪拌し、ろ過により得られた試料を味測定に用いた。比較対象については、熱水抽出エキスの乾燥粉末を用いて同様に調製し、測定に供した。酵素分解エキス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。旨味、苦味雑味、旨味コク、苦味味の4種の味を測定した。

3. 結 果

① エキス生成率の算出

各酵素によるエキスの生成を検討するために、エキス生成率を以下の式により算出した。

エキス生成率=(酵素分解により得られたエキス乾燥粉末/原料の乾燥重量)×100

表2に示すように、エキス生成率は塩基性のプロテアーゼが最も高い値(72.9%)を示し、続いて中性プロテアーゼのうち1つが高い値(63.6%)を示した。トビウオ乾燥粉末から調製した熱水抽出エキスの生成率は17.3%であり、いずれの酵素によるエキスも生成率が高かったことから、酵素分解法は熱水抽出よりも効率の良いエキス製造法であることが示された。

表2 トビウオからの熱水抽出及び酵素分解エキスの生成率

酵素種類	エキス生成率 (%)
熱水抽出	17.3
酸性	54.5
中性1	49.9
中性2	63.6
塩基性	72.9

② ホルモン窒素量の測定

各種の酵素分解エキスに含まれるホルモン窒素を測定した結果(表3)、いずれの酵素分解エキスにも遊離アミノ酸が含有されていることが示された。トビウオに含まれるタンパク質がプロテアーゼの作用により遊離アミノ酸にまで分解されていることが示された。中でも2種の中性プロテアーゼが高い値を示し、トビウオタンパク質からアミノ酸が多く生成されていることが明らかになった。エキス生成率とあわせて考えると、中性プロテアーゼがアミノ酸を多く含むエキスを生成していることが示唆された。現在、遊離アミノ酸を測定しており、今後、本エキスの呈味成分組成を明らかにしたい。

表3 トビウオ酵素分解エキスのホルモン窒素量

酵素種類	ホルモン窒素量 (%)
酸性	3.63
中性1	4.39
中性2	4.62
塩基性	2.61

③ トビウオ酵素分解エキスの味測定

トビウオ酵素分解エキスの呈味性を評価するために、味認識装置による味の測定を行った。その結果、苦味及び旨味センサーに応答が見られ、両センサーの先味と後味について測定値(表4)が得られた。

表4 トビウオ酵素分解エキスの味測定

酵素種類	苦味	旨味	苦味	旨味
	先味	先味	後味	後味
熱水抽出	13.3	7.2	2.7	5.2
酸性	6.6	7.2	0.8	5.4
中性1	10.4	9.6	1.5	4.8
中性2	8.5	8.3	0.9	4.8
塩基性	13.6	10.0	1.9	4.7

エキスの旨味に関しては、苦味先味、旨味の先味・後味の数値が対応している。まず、低濃度の苦味物質由来の旨味を示す苦味雑味については、塩基性プロテアーゼが高値(13.6)を示し、熱水抽出エキス(13.3)と同等の値を示した。旨味先味については、塩基性及び中性1が中でも高い値(中性1; 9.6、塩基性; 10.0)を示し、

熱水エキス(7.2)よりも強い旨味を示すことが判明した。コクを示す旨味後味については、酵素分解エキス群では大きな差異はなく、ほぼ同等値であり、熱水抽出と同程度のコク味であることがわかった。次に、苦味そのものを示す苦味後味に関しては、どの酵素分解エキスも熱水抽出物より数値が低く、トビウオ由来の苦味が抑制されていることが推察された。

味測定の結果から、旨味が高く、かつ苦味の低い数値を示した塩基性のプロテアーゼによる分解エキスが優れた呈味性を有すると考えられた。塩基性エキスのホルモン窒素量は他のエキスよりも低値であり、遊離アミノ酸の生成が少ないことが考えられた。しかしながら、旨味やコクを有する低分子のペプチドが生成されている可能性も想定され、今後は呈味性を有するペプチドに関する検討も必要と思われた。エキス生成率のデータも合わせて考えると、トビウオの酵素分解エキスは塩基性プロテアーゼを用いたものが適切と考えられた。

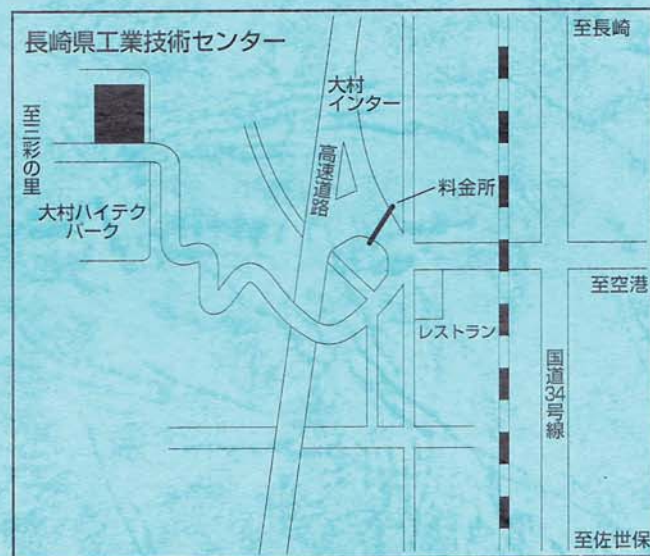
4. 結言

本研究の目的は、水産物を原料とした調味料素材を開発することである。呈味性を有するアミノ酸、ペプチドを豊富に含有するエキスを製造するために、食品工業用酵素を用いてトビウオタンパク質の分解を試みた。至適pHが異なる市販酵素を用いて製造した酵素分解エキスをエキスの生成率、ホルモン窒素量、味認識装置により味測定を行うことにより検討した。その結果、塩基性プロテアーゼによる酵素分解エキスが優れた呈味性を示した。今後は、本酵素分解エキスに含まれる遊離アミノ酸、低分子ペプチドの存在量を測定し、エキスの有用性を明らかにしていく。

参考文献

[1] 大町睦子：焼あごのだし汁に関する研究、活水論文集第28集, 29-37 (1985)
 [2] 河合美佐子：味を決めるアミノ酸、生物工学会, 89 (11), 679-682 (2011)
 [3] 財団法人日本醤油研究所編：しょうゆ試験法、19-21 (1985)

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24年8月31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/>