

令和元年度

# 長崎県工業技術センター研究報告

REPORT OF  
INDUSTRIAL TECHNOLOGY CENTER OF NAGASAKI

No.49

長崎県工業技術センター

INDUSTRIAL TECHNOLOGY CENTER OF NAGASAKI

# 目 次

1. 航空宇宙関連産業の市場獲得に向けた切削加工技術の高度化 .....	1
工業材料科 主任研究員 福田 洋 平	
工業材料科 科 長 瀧 内 直 祐	
食品・環境科 主任研究員 三 木 伸 一	
2. AIを用いた監視装置の開発 .....	6
機械システム科 科 長 田 口 喜 祥	
機械システム科 研 究 員 久保田 慎 一	
3. 可視化システムを用いたシミュレーション技術の高度化 .....	9
機械システム科 主任研究員 入 江 直 樹	
4. 生体組成の非侵襲計測技術の開発 .....	12
電子情報科 科 長 下 村 義 昭	
電子情報科 主任研究員 田 尻 健 志	
5. 三次元デジタル製造に関する要素技術の確立と実部品への応用 .....	14
電子情報科 専門研究員 小笠原 耕太郎	
工業材料科 科 長 瀧 内 直 祐	
工業材料科 主任研究員 福 田 洋 平	
6. 機械学習を用いたロボット関連製品の制御技術の開発 .....	18
電子情報科 主任研究員 堀 江 貴 雄	
7. 低コストで高機能な発光サイン用導光板の開発 .....	22
電子情報科 主任研究員 田 中 博 樹	
8. 複雑事象解析に対応可能な連成シミュレーション技術の開発 (第2報) .....	27
工業材料科 専門研究員 重 光 保 博	
9. 分子複合による耐熱性樹脂材料の開発 .....	31
工業材料科 主任研究員 市 瀬 英 明	
10. 海水魚用展示蓄養水槽の開発 .....	36
食品・環境科 科 長 大 脇 博 樹	



# 航空宇宙関連産業の市場獲得に向けた切削加工技術の高度化 (切削加工シミュレーションの精度向上を目的とした伝熱パラメータの取得)

工業材料科 主任研究員 福田 洋平  
工業材料科 科 長 瀧内 直祐  
食品・環境科 主任研究員 三木 伸一

本研究は、切削加工に取り組んでいる県内企業の航空宇宙関連産業への新規参入および取引拡大を技術面から後押しすることを目的としており、①切削加工シミュレーションによる高能率加工技術の開発、②加工トラブルを予測する知能化ワーク固定ジグの開発、および③切削加工後の脱脂技術（洗浄技術）の三つの技術開発に取り組むことで、航空宇宙機器用材料の切削加工に関する県内企業の技術力向上を目指している。

本報告は①に関連し、切削加工シミュレーションの精度向上を目的とした伝熱パラメータの取得結果について報告する。

## 1. 緒言

航空宇宙関連産業は大きな成長産業として注目されており、長崎県では重点政策として、県内企業の航空宇宙関連産業への新規参入支援および取引拡大支援に取り組んでいる。本研究は切削加工に取り組んでいる県内企業の航空宇宙関連産業への新規参入および取引拡大を技術面から後押しするものであり、航空宇宙機器用材料の切削加工に関する技術開発として、①切削加工シミュレーションによる高能率加工技術の開発、②加工トラブルを予測する知能化ワーク固定ジグの開発、および③切削加工後の脱脂技術（洗浄技術）の開発に取り組むものである。

本報告は①に関連し、切削加工シミュレーションの精度向上を目的とした伝熱パラメータの取得結果について報告する。

航空宇宙機器にはチタン合金やニッケル基合金といった耐熱合金が材料として用いられる。耐熱合金切削の高能率化を阻む要因として、被削材の熱伝導率が小さいことに起因する切削工具の過熱があり、切削中の工具の正確な刃先温度を把握することは耐熱合金切削の高能率化を実現する上で重要となる。しかし、エンドミル加工の場合、工具は高速で回転しているとともに多量の水溶性切削油剤が供給されているため、切削中の工具刃先温度を測定することは困難である。そのため、切削中の工具温度を予測する方法として有限要素法による切削シミュレーションが用いられる<sup>[1]</sup>。

有限要素法による切削シミュレーションを活用することで切削条件の改善を円滑に進めることができる

が、シミュレーションに用いる各種のパラメータは、ソフトウェアメカが提供するライブラリ情報だけでは不十分なケースが多く、ユーザが独自のノウハウとして蓄積していく必要がある<sup>[2]</sup>。

令和元年度は、高能率加工技術の開発の第一段階として、チタン合金およびニッケル基合金の切削シミュレーションに用いる下記の伝熱パラメータの取得に取り組んだ。

- ・超硬合金と水溶性切削油剤間の熱伝達率
- ・チタン合金と水溶性切削油剤間の熱伝達率
- ・ニッケル基合金と水溶性切削油剤間の熱伝達率
- ・超硬合金とチタン合金間の熱抵抗
- ・超硬合金とニッケル基合金間の熱抵抗

なお、切削シミュレーションには汎用有限要素解析ソフトウェア DEFORM を使用した。

## 2. 熱伝達率の取得

### 2.1 実験方法

図1に実験装置を、図2に伝熱面の詳細を示す。伝熱槽は水溶性切削油剤を流す矩形流路となっている(11 mm×10 mm)。流路壁面には直径 10.5 mm の穴を一か所設けており、直径 10.4 mm の伝熱体を挿入することで水溶性切削油剤と伝熱体との伝熱面を構成する。伝熱体の流路側端面から 10 mm、15 mm、および 20 mm の位置には直径 1.0 mm のシース熱電対を挿入し、伝熱体中心の温度を測定する。伝熱体は一様断面であるため、2点の温度と位置、そして熱伝導率が分かれば、伝熱体中の熱流束および伝熱面の温度

を計算によって導くことができる。また、流路中の水溶性切削油剤の温度を同時に測定することで、伝熱体と水溶性切削油剤間の熱伝達率を導くことができる。

水溶性切削油剤は(株)MORESCO製の「ツールメイトAL」を10倍に希釈して使用した。評価した伝熱体の材種および熱伝導率を表1に示す。

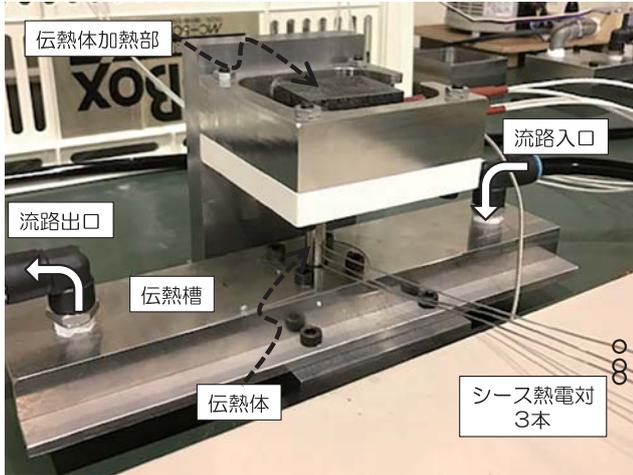


図1 熱伝達率取得用実験装置

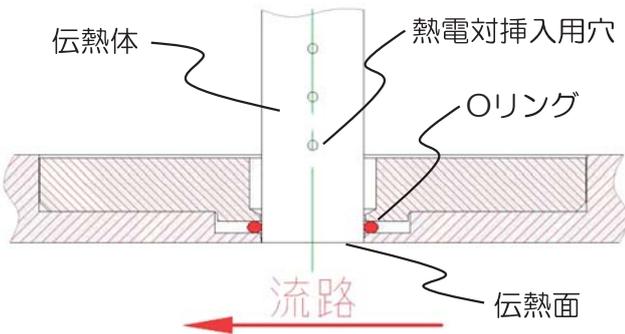


図2 伝熱面の詳細

表1 伝熱体の熱伝導率

伝熱体	材種	熱伝導率 (W/mK)
超硬合金	15TF 三菱マテリアル	71 メーカーカタログ値
チタン合金	Ti-6Al-4V	7.5 日本チタン協会 技術資料
ニッケル基合金	インコネル718	10.3 DEFORMライブラリ
ステンレス鋼 (参考)	SUS304	16 ステンレス協会技術資料

## 2.2 実験結果

熱伝達率の測定結果を図3に示す。図中には、まっすぐな円管の強制対流状態における理論値である

Dittus-Boelter 値を併せて示す。超硬合金の測定結果は、Dittus-Boelter 値と同様に流速の増加に伴い熱伝達率は飽和していく傾向を示した。それに対し、その他の測定結果は、流速の増加に伴い指数関数的に熱伝達率が増加する傾向を示した。また、この傾向は熱伝導率が低い材料ほど顕著であった。

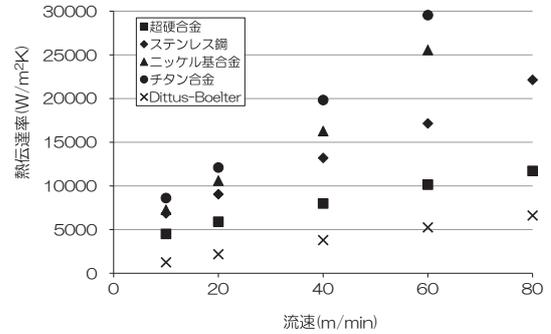


図3 熱伝達率

## 2.3 考察

図4に液温と端面温度の差と流速の関係を示す。液温と端面温度の差は、熱伝導率の低い材料ほど小さい結果であった。熱伝達率は、伝熱体中の熱流速を液温と端面温度の差で除算することにより導かれる値であるため、温度差が小さくなると熱伝達率の計算結果は大きくなる。

熱伝導率の低い材料ほど液温と端面温度の差が小さくなる理由は、伝熱体の熱伝導率に対してシース熱電対の被覆の熱伝導率が高いこと、また、シース熱電対の断面積に対して伝熱体の断面積が十分に大きくないためと考えられる。伝熱体がチタン合金の場合、最大2%の熱がシース熱電対側に逃げるため、端面の温度を実際より低く見積もることとなる。

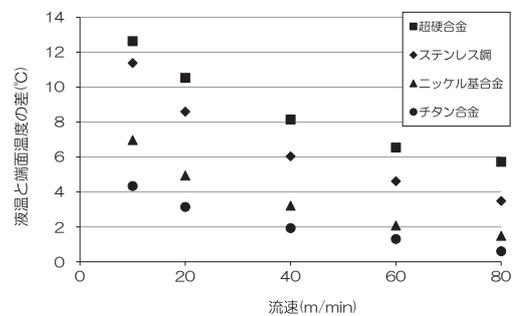


図4 液温と端面温度の差

## 2.4 熱伝達率の決定

シース熱電対に対して熱伝導率が十分に高い超硬合

金の実験結果を、切削シミュレーションにおける工具・被削材と水溶性切削油剤との熱伝達率とする。

熱伝達率  $h$  を流速  $V$  の関数として取扱い、累乗近似曲線をフィッティングした結果を図5に示す。

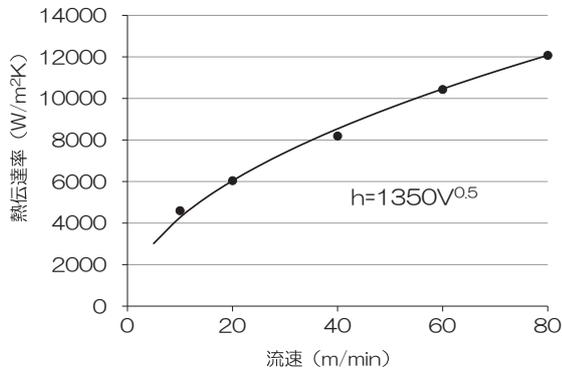


図5 流速と熱伝達率の関係

### 3. 熱抵抗の取得

#### 3.1 熱伝達率の取得手順

熱抵抗を取得する目的は、切削時に生じる被削材の発熱が工具にどの程度流入するのか、また、切削中の工具温度が何度になるのかをシミュレーションによって予測するためである。しかし、切削シミュレーションによって、被削材から工具への熱の流入に関係する接触面積、接触面温度、および接触圧力等の全ての状態を厳密に再現することはできない。

そのため、ここで取得する熱抵抗の値は物理的に厳密なものではなく、切削中の工具温度を適切にシミュレーションするうえで必要となる伝熱パラメータのこととする。なお、DEFORM においては固体間の伝熱パラメータも熱伝達率として設定する。

本研究において、熱抵抗の取得は下記の流れで行う。

- ①切削実験を実施し、切削中の切削抵抗および工具温度を測定する。
- ②切削実験と切削シミュレーションの切削抵抗が一致するように、シミュレーションの解析条件を調整する。
- ③切削実験と切削シミュレーションの工具温度が一致するように、シミュレーションの熱抵抗を調整する。

#### 3.2 切削実験による切削抵抗と工具温度の測定

図6に実験図を、表2に実験条件を示す。切削実験は汎用旋盤を用いた二次元切削モデルとした。工具温度は熱電対(山里産業：セラサーモφ0.1)を工具逃げ面にカプトンテープで貼り付けることにより測定し

た。

使用したカプトンテープの耐熱温度は250℃であるため、チタン合金切削においては刃先から2.0mmの位置に、ニッケル基合金切削においては刃先から3.0mmの位置に熱電対を貼り付けた。チタン合金切削の実験結果を図7に、ニッケル基合金の実験結果を図8に示す。ニッケル基合金切削後の工具すくい面には被削材が堆積しており、この堆積物は切削中に構成刃先として作用していると考えられる。

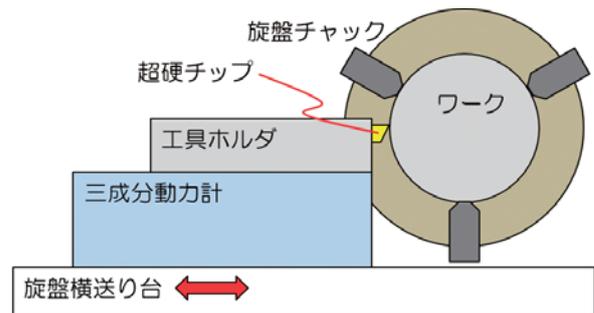


図6 切削実験

表2 実験条件

	チタン合金 Ti-6Al-4V	ニッケル基合金 インコネル718
切削開始外径(mm)	80	90
主軸回転数(min <sup>-1</sup> )	145	70
開始切削速度(m/min)	36	19.5
送り量(mm/rev)	0.106	0.071
工具材種	15TF (三菱マテリアル)	
切削幅(mm)	4.0	3.0
工具幅(mm)	4.2	
工具すくい角(deg)	14	

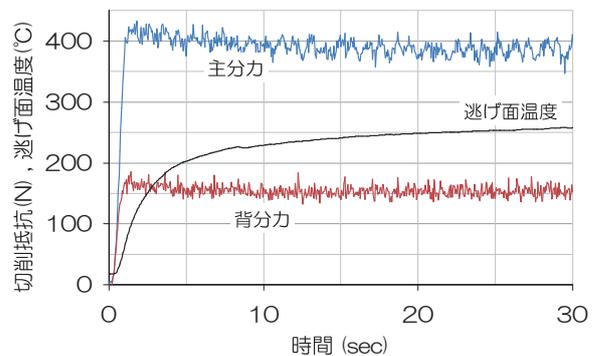


図7 切削実験結果 (チタン合金)

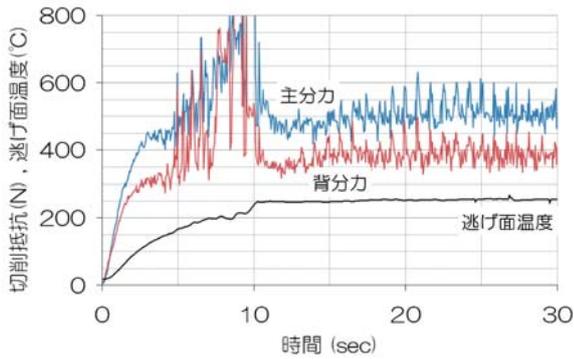


図8 切削実験結果（ニッケル基合金）

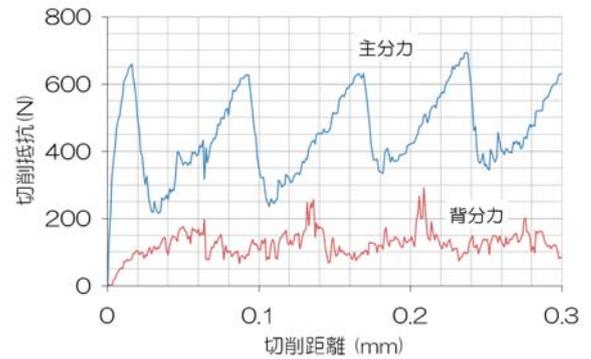


図9 シミュレーション結果（チタン合金）

### 3.3 切削シミュレーションの条件調整

切削実験と切削シミュレーションの切削抵抗が一致するように、シミュレーション設定の摩擦条件と限界ダメージを調整した。摩擦係数を大きくすると主分力が増大し、限界ダメージを大きくするとせん断変形の生じる間隔が長くなる。ダメージとは延性破壊方程式によって求められる値であり、ある要素でダメージが限界値を超えた場合、要素の破断が近似的に再現される。可能な限り切削抵抗値が一致するように調整したシミュレーション条件を表3に、シミュレーション結果を図9および図10に示す。なお、シミュレーションの切削幅は0.01 mmであるが、図中の切削抵抗は実験時の切削幅に換算した値である。

表3 シミュレーション条件

	チタン合金 Ti-6Al-4V	ニッケル基合金 インコネル718
<b>ワーク</b>		
モデル	剛塑性体	
DEFORM ライブラリ材質	Ti-6Al-4V- machiningSFTC	IN718- machiningAMTG
限界ダメージ	60	600
幅×厚さ×長さ(mm)	0.01×0.2×0.6	0.01×0.2×1.2
要素数	27684	60152
境界条件	底面完全固定、側面对称条件	
<b>工具</b>		
モデル	剛体	
刃先半径(mm)	0.01	
<b>シミュレーション設定</b>		
ソルバー	スパース	
反復法	ニュートンラプソン	
工具移動ステップ(mm)	0.001	
<b>オブジェクト間関係</b>		
摩擦条件	せん断摩擦 0.6	

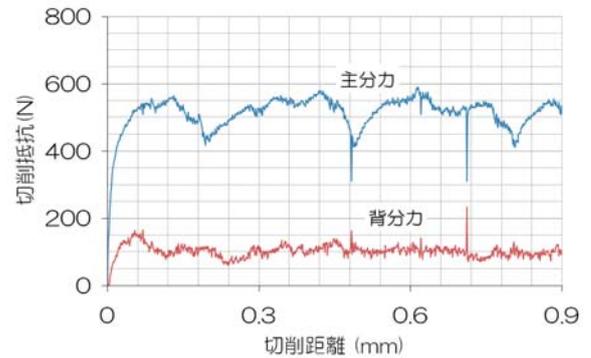


図10 シミュレーション結果（ニッケル基合金）

チタン合金の切削シミュレーションにおいては、この歯状切りくずが生成される際の切削抵抗の変動が実験よりも顕著に表れた。ニッケル基合金の切削シミュレーションにおいては、背分力の値が実験値よりも小さくなる傾向となった。これは、構成刃先による実すくい角の変化が一つの要因ではないかと考える。

### 3.4 熱抵抗の推定

熱抵抗の調整によって切削実験と切削シミュレーションの工具温度を一致させるにあたり、数秒間にわたる切削現象をシミュレーションしては膨大な計算時間が必要となってしまう。そのため、前節のシミュレーション結果から工具と被削材の平均接触面温度と平均接触面面積を取得し、別途、伝熱解析を実施することで熱抵抗の推定を行うこととした。取得した平均接触面温度と平均接触面面積を表4に、工具の熱的物性値を表5に示す。

伝熱解析に用いた工具のモデルを図11に示す。モデルの形状は実験に使用した超硬合金チップの1/2対称モデルである。切削中に被削材と接触する面を熱の流入面とし、工具ホルダに銀ろう付けされた面を熱の流出面とした。温度の評価点は熱電対を貼り付けた位

置である。熱の流入面は平均接触面温度の物体と接触している状態と設定し、熱の流出面は 20℃の物体と接触している状態と設定した。熱の流入面の熱抵抗を  $H_{in}$ 、流出面の熱抵抗を  $H_{out}$  とし、温度評価点の温度変化が切削実験と一致するように熱抵抗の値を調整した。

図 1 2 および図 1 3 に伝熱解析と切削実験の比較を示す。比較の結果、チタン合金切削における熱抵抗は 300 kW/m<sup>2</sup>K、ニッケル基合金切削における熱抵抗は 200 kW/m<sup>2</sup>K で実験結果との良好な一致が見られた。

表 4 接触面の平均温度と平均面積

	チタン合金 Ti-6Al-4V	ニッケル基合金 インコネル718
評価切削距離(mm)	0.07	0.29
平均接触面温度(℃)	494	438
平均接触面面積(mm <sup>2</sup> )	0.00119	0.00155

表 5 工具の熱的物性

熱伝導率 (W/mK)	71
熱容量 (MJ/m <sup>3</sup> ℃)	2.51
密度 (g/cm <sup>3</sup> )	14.5

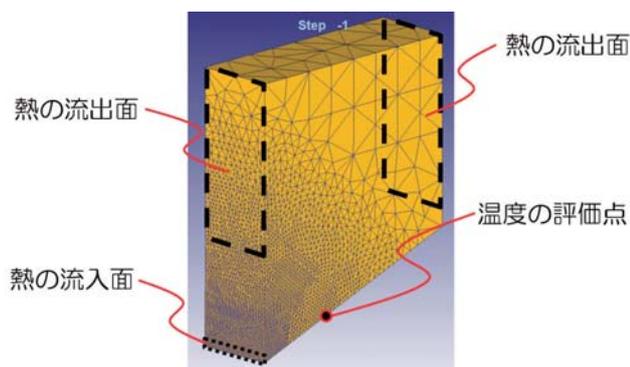


図 1 1 伝熱解析用工具モデル

#### 4. 結 言

チタン合金およびニッケル基合金の切削シミュレーションに用いる伝熱パラメータの取得に取り組み、下記の結果を得た。

1) 工具・被削材と水溶性切削油剤との熱伝達率を取得するため伝熱実験を実施し、熱伝達率  $h$  を流速  $V$  の関数として  $h=1350V^{0.5}$  の関係を得た。

2) 工具と被削材間の熱抵抗を取得するため、伝熱解析と切削実験を実施し、チタン合金切削における熱抵抗は 300 kW/m<sup>2</sup>K、ニッケル基合金切削における熱抵抗は 200 kW/m<sup>2</sup>K で実験結果と解析結果の良好な一致が見られた。

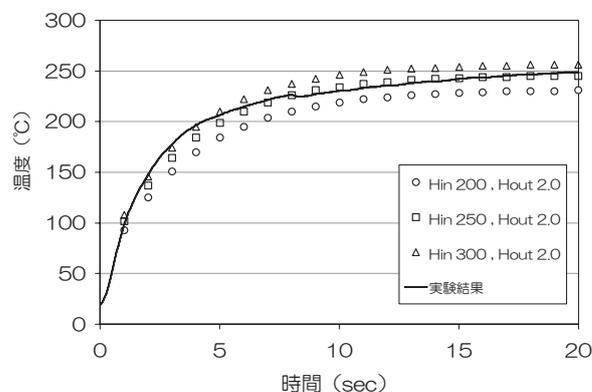


図 1 2 伝熱解析と切削実験の比較 (チタン合金)

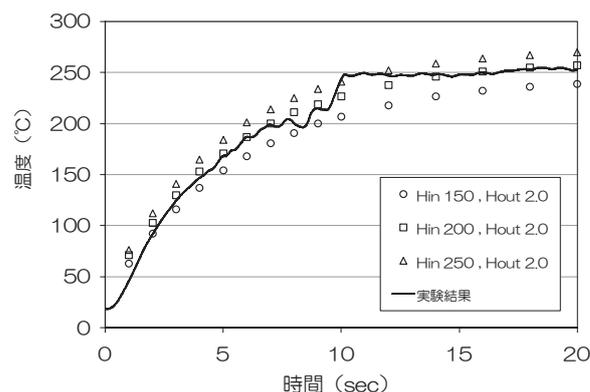


図 1 3 伝熱解析と切削実験の比較 (ニッケル基合金)

#### 謝 辞

本研究事業を推進するにあたり、長崎大学大学院工学研究科の桃木悟教授、小林透教授、荒井研一准教授、栗山孔臣氏、システムファイブ株式会社の佐藤康彦社長と水野勇一部長に多大なるご協力のご支援を頂いた。

#### 参考文献

- [1] 福田 ほか：エンドミル逃げ面における水溶性切削油剤の冷却効果の検討，精密工学会九州支部佐世保地方講演会講演論文集，pp.81-82，2019。
- [2] 福田 ほか：チタン合金切削の切削シミュレーションにおける摩擦条件の検討，精密工学会九州支部佐世保地方講演会講演論文集，pp.83-84，2019。

# AIを用いた監視装置の開発

機械システム科 科 長 田 口 喜 祥  
機械システム科 研 究 員 久 保 田 慎 一

県内の中小企業から機械装置の稼働状況を IoT (Internet of Things) の技術を用いて監視をしたいとの相談が増えている。工場内で稼働している IoT の機能が搭載されていない機械装置を監視するためには、機械装置に対応した IoT 機器を開発して取り付ける必要があるため、開発を行うための技術支援を実施している。一方、近年では AI (Artificial Intelligence) を用いた研究が注目されており、製造現場への応用が報告されている。

そこで、本研究開発では、県内企業が使用している IoT 機能が搭載されていない機械装置を対象として、機械装置本体に改造を加えずに稼働状況や保全予測を行うための AI を用いた監視装置を開発することを目的とした。

## 1. 緒 言

近年、製造現場では、IoT や AI を用いた取り組みが注目されている。工場の IoT 化で自動化が進めば、生産年齢人口の減少で深刻化する人手不足の緩和など、わが国製造業が抱える課題の解決にも繋がる [1] ことが期待されている。そのため、これまで IoT を製造現場に活用するための研究や報告がなされている [2] [3]。

長崎県内の企業からも、既存の機械装置を監視するために自社で使用している機械装置で使用可能な IoT 機器を開発したいという相談が増えている。これまで、既存の機械装置の稼働状況を監視するために電流や振動を計測し、監視する装置の開発を行ってきた [4]。これまでに、開発した IoT 装置を使用して頂いていたところ、取り付けることが難しいセンサの情報などを用いた監視を行いたいなどの要望が出てきた。その中で、センサは取り付けられないが、機械装置の制御画面に装置各部の稼働状況やエラー情報などが表示される場合があり、制御装置の画面情報から必要な情報を抽出できる可能性があるのではないかと考えた。

一方、近年 AI 技術を用いた画像処理の研究開発が数多くなされてきている。例えば、カメラ映像から人物を認識する [5]、画像から特定の部分を高速に切り出す [6] など映像処理に関して AI 技術を用いることで高度な処理が可能となってきている。

そこで、本研究では機械装置の制御装置画面の映像をカメラで収集すると共に、各種センサからの情報と併せて、AI 技術を用いて監視する監視装置を開発することを目的とする。開発する装置は、既存のセンサからの情報を収集するセンサユニット部、AI 処理を

行う監視制御装置部、制御装置の画面を切り替えることを想定して監視装置からキーボード操作を遠隔で行うエミュレータ部を合わせた装置とした。研究の初年度となる令和元年度は、監視装置のハードウェア構成を検討し試作を行った。

## 2. システム構成

開発する AI を用いた監視装置のシステム構成を図 1 に示す。開発する装置は、機械装置に取り付けて電流、振動、光、音などのデータを収集するセンサユニット部、センサユニット部からのデータをデータベースに記録すると共に、カメラで機械装置の映像を撮影し、必要な情報を AI 技術で認識する監視制御装置部、監視制御装置部からの指令で機械装置のキーボード操作を行うエミュレータ部から構成されている。また、監視制御装置部には、センサユニット部やカメラで取得した情報を AI 技術で解析し、稼働状況や保全予測に関する監視結果を Web 画面で提供する機能を搭載する。以下では試作した AI を用いた監視装置のハードウェア構成について述べる。

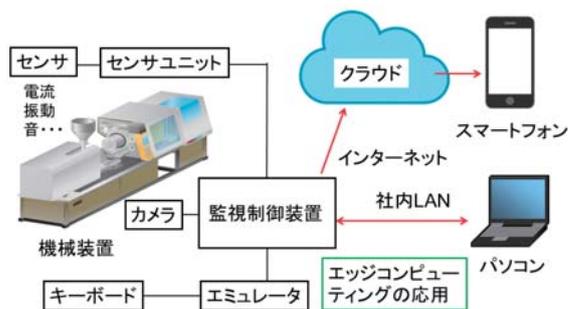


図 1 システム構成

### 3. 監視装置のハードウェア構成

本年度は、マイコンボードを用いてAIを用いた監視装置のハードウェアを試作した。試作した監視装置は、センサユニット部、監視制御装置部、エミュレータ部の3つの要素で構成されている。試作したセンサユニット部の写真を図2に、監視制御装置部の写真を図3に、エミュレータ部の写真を図4に示す。



図2 センサユニット部



図3 監視制御装置部



図4 エミュレータ部

センサユニット部は、Espressif Systems社のWi-Fi無線モジュールを内蔵するマイクロコントローラESP32を用いて試作した<sup>[4]</sup>。図2に示したセンサユニット部には電流、加速度、光を計測するセンサを搭載しており、機械装置の消費電流、稼働時の振動、パトライトなどの光を計測し、監視制御装置に送信する機能がある。センサユニット部は測定する対象機械により音、温度、圧力など使用するセンサを変えて複数のものを試作した。Wi-Fiによる通信が可能であり、

複数台のセンサユニット部を対象の機械装置にあわせて取り付け、同時運用を可能とした。

監視制御装置部は、Raspberry Pi 4Bマイコンボードを用いて試作した。画像入力のために使用したカメラはLogicool社のWebカメラC920である。また、プログラムの開発はpython3.7を使用し、WebフレームワークとしてFlaskを用いた。また、画像処理にはOpenCV、機械学習にはKeras、TensorFlow、データベースはMySQLを用いた。

エミュレータ部はArduino MEGAマイコンボードにマイクロテック社のキーボードエミュレーションボードUSBKBD-50を組み合わせて試作した。

センサユニット部と監視制御装置部はWi-Fiによる無線、エミュレータ部は有線でWi-Fiルータに接続して使用する。本年度は、監視制御装置部でのデータ収集やWeb画面に表示するプログラムの試作と、AI学習のための環境構築を実施した。

### 4. 結 言

IoT機能が搭載されていない機械装置からデータを収集し、機械装置の稼働状況や予兆保全を行うためにAIを用いた監視装置を提案した。加えて、監視装置のハードウェア部を試作し、センサデータや画像データを収集する基本プログラムを製作し、各種センサからのデータ収集、カメラ映像の画像処理、キーボードのエミュレートが可能であることを確認した。

今後、試作した装置で取得したデータを基にAIを用いて処理を行うプログラムを開発し、機械装置の稼働状況、不具合発生の前兆監視を行う監視装置として完成させる予定である。

### 参考文献

- [1] 成瀬：AI活用が期待される工場のIoT化、日本総研経済 Research Focus No. 2019-032、pp.1-7、2019-11.
- [2] 地主、知崎、川上：IoT活用による工場生産活動最適化、FUJITSU.67,2,pp.77-83、2016-3.
- [3] 小川、永井：IoT等の進展が与える情報システムへの影響に関する研究、産業経済研究所紀要、第27号、pp.27-88、2017-7.
- [4] 田口：無線ネットワークを用いた振動監視装置の開発、長崎県工業技術センター研究報告、No48、pp.5-10、2019.
- [5] 飯塚、金子：深層学習を用いた複数カメラでの人

物再識別、DEIM Forum 2019 P9-139、2019-3.

- [6] Qiang Wang, Li Zhang, Luca Bertinetto, Weiming Hu, Philip H.S. Torr : Fast Online Object Tracking and Segmentation: A Unifying Approach、The IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition (CVPR), pp. 1328-1338, 2019.

# 可視化システムを用いたシミュレーション技術の高度化 (シミュレーションを用いた地場企業の製品開発工程支援)

機械システム科 主任研究員 入江直樹

近年における高性能かつ廉価で使いやすいパーソナルコンピュータの普及は流体分野においても汎用計算力学ソフトウェアの利便性を高め、流れ現象に関連するシミュレーション技術の発展に大きく寄与している。これを受けて、当該汎用計算力学ソフトウェアを用いたシミュレーション技術を自社製品開発に活かして製品開発期間の短縮化や差別化技術の創出につなげたいとの要望を地場企業から受けている。地場企業が取扱う気流及び粒子の特性を計測可能とする可視化システムについて研究開発を行い、その計測結果を汎用計算力学ソフトウェアに入力してシミュレーション技術の計算精度向上を図るとともに地場企業のシミュレーション技術を用いた製品開発工程に貢献することを本研究の目的としている。令和元年度においてはPIV (Particle Image Velocimetry：粒子画像流速測定法)を用いた可視化システムの計測精度向上に取り組んだ。また、可視化システムを用いて簡易的な送風機模型の流れを計測して流体解析シミュレーションの結果と比較検討した。

## 1. 緒言

流れ現象の解明と制御は船舶、自動車などの輸送機械の性能や安全性、高層ビルの耐風性や風害など対策を講じる上で非常に重要となる。PIVは、その流れ現象の速度分布を計測することができ<sup>[1]</sup>、流体振動が発生している状態における遠心圧縮機の内部流れ計測<sup>[2]</sup>や騒音発生源を特定するための送風機の内部流れ計測などが報告されている<sup>[3]</sup>。

図1にPIVを用いた可視化システムの概要を示す。流れ場にトレーサ粒子を混入してシート状の光源を照明する。照明されたトレーサ粒子を記録媒体に2時刻の瞬間的な粒子画像として記録する。その2時刻の画像上のトレーサ粒子像から求めた移動量と画像間の時間間隔から流れの速度を計算できる<sup>[1]</sup>。令和元年度は平成30年度に試作した可視化システム<sup>[4]</sup>の計測精度向上に取り組み、その計測結果と流体解析シミュレーションの結果を比較検討した。

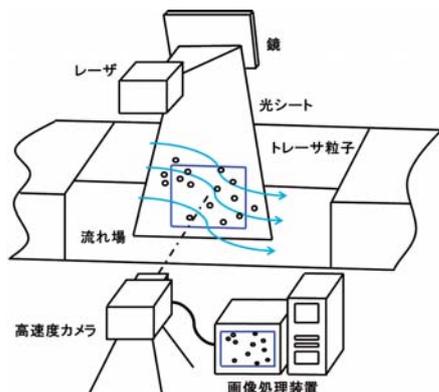


図1 PIVを用いた可視化システムの概要

## 2. 実験方法と結果

### 2.1 送風機(模型)を対象としたPIV計測

図2に示すように一定の回転数で回転している送風機の吹き出し口近傍においてPIV計測した。図3に対象の送風機の断面図を示す。羽根枚数8枚、出口外径 $\phi 104$  mmのインペラをケーシングに格納した構造をしており、送風機とケーシングは可視化のためにアクリルを用いて製作している。実験時の送風機の回転数は440 rpmである。送風機のエアー吸入口からトレーサ粒子となるDEHS (Di-Ethy-Hexyl-Sebacat：セバシン酸ビス(2-エチルヘキシン))を混入して、シートビームレーザ(可視化照明用シートビームレーザ3Wタイプ、ウシオ電機(株))を送風機の吹き出し口から照射した。当該シートビームレーザ上で散乱するトレーサ粒子像をハイスピードカメラ(型番：PL3、



図2 可視化システムを用いた実験

シナノケンシ (株) を用いて撮影した。図4は撮影した画像であり、画素数は1,280ピクセル×1,024ピクセルである。本研究におけるPIV計測の範囲は、32ピクセル×32ピクセルの検査領域を横に30個、縦に25個である。

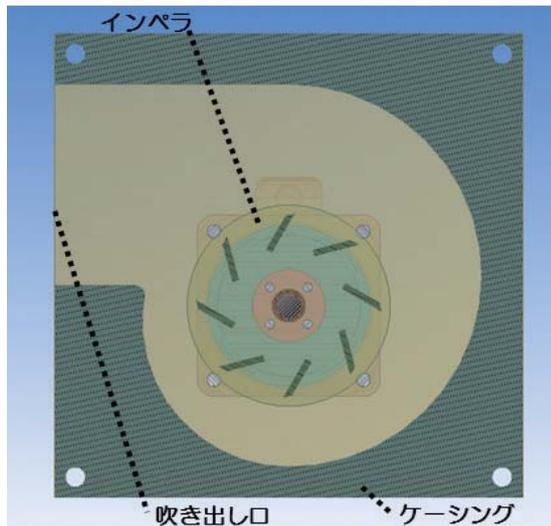


図3 送風機 (模型) の断面図



図4 撮影した画像と検査領域の範囲

## 2.2 誤ベクトルの検出と除去処理

図4の画像の次時刻の画像に対して、各検査領域を中心とした上下左右方向に20ピクセルの探索領域を設定して差分法によるテンプレートマッチング<sup>[5], [6]</sup>を行った。

当該PIV計測から得た速度分布の画像を図5に示す。図5に示すように、実際とは異なる誤ったトレーサ粒

子の対応づけが行われてしまうと非常に大きな誤差を含む誤ベクトルが現れることがある。この誤ベクトルの周囲に誤差が伝搬して不可解な結果を得ることとなるため除去手法を検討した。本研究では文献[1]を調査した結果から、統計に基づく手法の一つであり、広く使用されている普遍的誤ベクトル検知法<sup>[7]</sup>を用いた。当該手法は対象とするベクトルに対して、周囲8点のベクトル統計量を用いて推奨する計算式としきい値によりベクトルを正誤判断する。図6に誤ベクトルを除去処理した速度分布を示す。

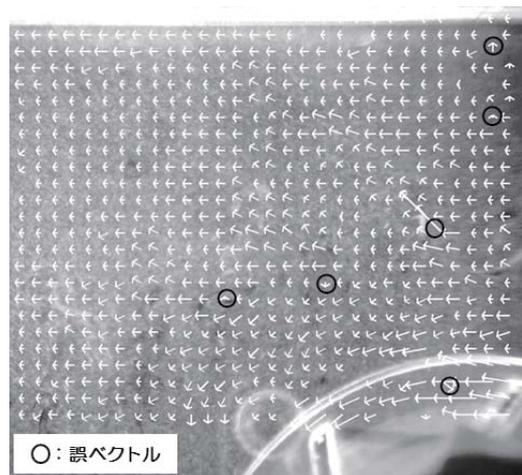


図5 PIV計測した画像 (速度分布)

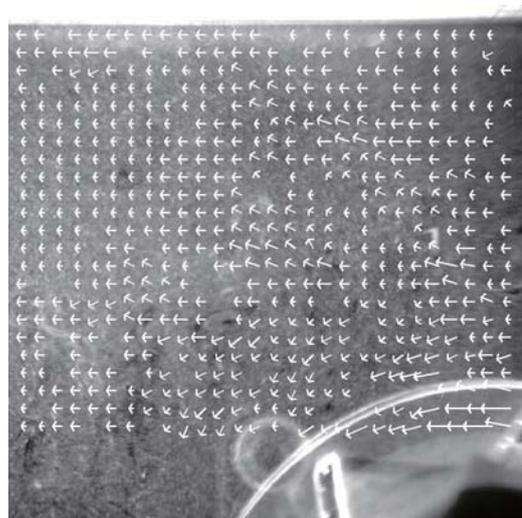


図6 誤ベクトル除去処理後の速度分布

## 2.3 流体解析シミュレーションを用いた数値解析

図3に示す送風機の断面図を作成した3次元データに基づいて解析モデルを作製して、流体解析シミュレーションを用いた数値解析を実施した。流体解析シミュレーションはアンシス・ジャパン (株) のFluent

(R17.1) を使用した。計算格子は非構造格子 (テトラメッシュ) を用いて全体の格子数を 54 万点程度としており、乱流モデルは  $k-\varepsilon$  モデル、解析方法は非圧縮性定常流れである。図 7 に流体解析シミュレーションから得た速度分布を示す。

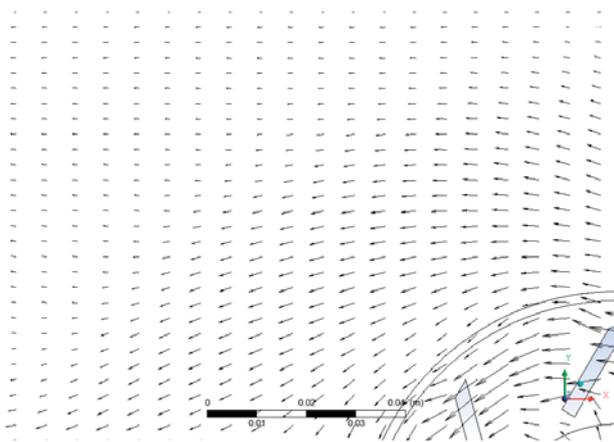


図 7 流体解析シミュレーションの結果 (速度分布)

### 3. 考察

#### 3.1 誤ベクトルの検出と除去処理

図 5 において○で囲んだベクトルは周囲のベクトルと比較して誤ベクトルと推測される。図 6 に示すように推測した誤ベクトルを除去しており普遍的誤ベクトル検知法は有効な手段であると考えている。また、誤ベクトルを除去した区画においては失われた情報を推定して補間する方法について検討する予定にある。

#### 3.2 流体解析シミュレーションを用いた数値解析

速度分布について PIV 計測の結果である図 6 と数値解析の結果である図 7 を用いて比較検討した。

最大流速はともに羽根近傍領域に見受けられ、PIV 計測では 2.21 メートル毎秒、数値解析結果では 2.08 メートル毎秒であった。

流れについてはインペラ出口外径の外周に沿った反時計周りの流れが PIV 計測結果、数値解析結果ともに見受けられる。一方で、図 6 の画像の左上へ向かう流れは PIV 計測においては観測できるが数値解析結果では見受けられない。これに対して、流体解析シミュレーションを用いた非圧縮性非定常解析の検討と流れの不安定性を招く要因と考えられる吸込み流量変動などについて検討していく予定にある。

### 4. 結 言

本研究の成果について以下に要約する。

- 1) PIV の計測誤差を招く要因を取り除くため、普遍的誤ベクトル検知法を用いた誤ベクトルの検出を行い、推測した誤ベクトルを除去することが可能であった。今後、誤ベクトルを除去した区画においては周囲の速度ベクトルを用いた内挿補間の適用を検討する。
- 2) 簡易的な送風機 (模型) において PIV 計測を行い、流体解析シミュレーションを用いた数値解析の結果と比較検討した。最大速度については類似した結果を得たが流れ現象については若干の相違が見受けられ、主に流れの不安定性を招く要因について今後検討する予定にある。

### 参考文献

- [1] 一般社団法人 可視化情報学会、PIV ハンドブック (第 2 版)、2016.10.
- [2] 大内田：遠心圧縮機内部流れの PIV 計測、可視化情報学会誌 Vol.39、No.153、pp.7-10、2019.4.
- [3] 鎌谷：送風機の品質向上への取組み、工業加熱 Vol.56、No.3、pp.7-10、2019.5.
- [4] 入江：可視化システムを用いたシミュレーション技術の高度化、工業技術センター研究報告、No.48、pp.11-12、2019. 10.
- [5] Adrian Kaehler, Gary Bradski：詳解 OpenCV3 コンピュータビジョンライブラリを使った画像処理・認識、株式会社オライリー・ジャパン、2018. 5.
- [6] 北山：OpenCV3 基本プログラミング、株式会社カットシステム、2016.5.
- [7] Westerweel, J., & Scarano, F.: Universal outlier Detection for PIV data, Exp. Fluids, Vol.39, pp.1096-1100, 2005.

# 生体組成の非侵襲計測技術の開発

電子情報科 科 長 下 村 義 昭  
電子情報科 主任研究員 田 尻 健 志

がん患者のリンパ節切除で主に発症するリンパ浮腫では皮下にアルブミンと呼ばれる蛋白の濃い体液が異常に蓄積される。むくみ等の兆候がない早期ほど症状の進行を最小限に抑えて予後を改善できるが、従来の触診やむくみ測定では早期発見は難しい。本開発では、皮下の体液量とアルブミン濃度を体外から光を当てるだけで測定してリンパ浮腫を早期に発見する非侵襲計測技術を開発する。特に、生体の光学的測定では生体組織による散乱に加え、測定部位の温度変化や色素等の夾雑物による吸収が測定誤差の大きな要因となる。一方、著者らが開発した光計測手法 TFDRS (Three-Fiber-Based Diffuse Reflectance Spectroscopy) は上記の測定誤差の影響を排除した測定を可能とする。本報告では、TFDRS を活用したアルブミン濃度や水分などの生体組成の測定方法とその測定精度について理論的に評価した結果について述べる。

## 1. 緒 言

リンパ浮腫は乳がん等の手術でのリンパ節除去やその後の放射線治療でリンパ管の機能が低下して発症し、その後リンパ管で回収されない水分やアルブミンが皮下の間質液にたまり腫れた状態になる。むくみ等の兆候がない早期ほど症状の進行を最小限に抑えて予後を改善できる。しかし、現状では巻尺で測定した左右の腕等の周径差から発症を判断しており、この時点で既に兆候が出ている病期1期以上となる。

リンパ浮腫の診断を目的に L-Dex (米国 ImpediMed 社製) が既に製品化されている<sup>[1]</sup>。皮下間質液の電気抵抗から水分量のみを測定する本装置では水分だけが貯留するいわゆる「浮腫」との判別が難しい。

一方、リンパ浮腫の診断目的とは異なるが、脳表面のヘモグロビン濃度を測定して脳機能を評価する装置がある<sup>[2]</sup>。安価な連続光を利用した拡散反射分光法によりヘモグロビン濃度の変化量と散乱光路長の積(以下、相対値と呼ぶ)を測定する。照射光の波長を変更すれば水分量やアルブミン濃度の相対値の測定が可能となる。同じ測定部位であれば散乱光路長が一定となるため上記の相対値でもアルブミン濃度等の変化量を評価できる。しかし、散乱光路長が異なる部位間では測定値の比較ができないため、左右の腕等での比較や発症までの経時変化を観察することは難しい。

また、時間分解分光法を用いて生体組織中のヘモグロビン濃度を絶対値で測定する装置があり<sup>[3]</sup>、散乱光路長が異なる部位間でも測定値の比較が可能となる。照射光の波長を追加して水分量やアルブミン濃度

の測定も可能となるが、時間分解分光法を用いる装置は高価な短パルスのレーザー光源と光電子増倍管などの光検出器を必要とする。

そこで、本開発では果実糖度の非破壊計測を目的に開発した独自の光計測手法 TFDRS<sup>[4]</sup>を応用して生体組成の非侵襲計測技術を開発する。TFDRS は散乱光路長に依存しない物理量「相対吸光度比」を非破壊計測の指標としており、散乱光路長が異なる部位間でも測定値の比較が可能となる。さらに、ハロゲンランプや発光ダイオードなどの安価な光源を用いた計測も可能である。

本報告では、TFDRS を活用したアルブミン濃度や水分などの生体組成の測定方法、およびその測定精度について理論的に評価した結果について述べる。

## 2. 研究内容と結果

### 2.1 非破壊計測手法 TFDRS

TFDRS では、果実等の被検体の1箇所からレーザー光などの単色光を照射し、異なる距離2箇所で反射光を受光する。3つの波長 $\lambda_k$  ( $k=1, 2, 3$ )で測定した反射光の強度比(反射率) $R(\lambda_k) = i_{\text{sig}}/i_{\text{ref}}$ を用いて下記(1)式で表される相対吸光度比 $\gamma$ を非破壊計測の指標とする。

$$\gamma(\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3) = \frac{\ln(R(\lambda_3)) - \ln(R(\lambda_1))}{\ln(R(\lambda_2)) - \ln(R(\lambda_1))} \quad (1)$$

(1)式で表される相対吸光度比 $\gamma$ は散乱の影響を受

けない物理量で果実糖度と非常に良い直線相関を示す。これにより、従来の測定方法では数百種類の波長の光を必要とした果実糖度の非破壊計測をTFDRSではわずか3種類の波長の光で可能とした。

## 2. 2 TFDRS による生体組成の非侵襲計測

一方、生体は果実と異なり、水分、脂肪、蛋白、さらにはヘモグロビン色素等の多くの吸収因子が含まれる。TFDRSによる被験者前腕部の反射スペクトル(吸光度、 $A = -\ln(R)$ )の実測値(●)と光散乱理論<sup>[4]</sup>により算出した理論値(実線)を図1(a)に示す。図1(b)は上記反射スペクトルの実測値に対する理論値の誤差(ここでは誤差の実測値に対する比(%)で表す)を示す。水分、脂肪、ヘモグロビン色素等の多くの組成による吸収の影響を受けて果実に比べて複雑なスペクトル波形となるが、理論値と実測値は誤差 $\pm 1\%$ 以下と良い一致を示している。

この理論計算手法を用いて、(1)式で表される相対吸光度比 $\gamma$ と生体組成 $C_k$ ( $k=1, \dots, n$ ;  $n$ は組成の数)との関係を解析した。図2は下記の1次多項式を仮定した場合の相関係数 $R^2$ の計算結果を示す。

$$\gamma = a_0 + a_1 \cdot C_1 + \dots + a_n \cdot C_n \quad (2)$$

ここでは、相対吸光度比 $\gamma$ を算出する三つの波長の内、波長 $\lambda_1$ と $\lambda_2$ をそれぞれ特定の波長に固定し、残りの波長 $\lambda_3$ を変化させた。また、反射光の検出に用いるフォトダイオードの暗電流やアンプ等の電気ノイズに起因した反射率 $R$ の測定誤差( $\delta R/R$ )を0.1%と仮定した。図より、相対吸光度比 $\gamma$ は(2)式で表される各組成の1次多項式と非常に高い相関があることが分かる。

以上のことから、波長の異なる複数の相対吸光度比 $\gamma_k$ ( $k=1, \dots, n$ )を用いた下記の1次多項式により、生体組成 $C_k$ ( $k=1, \dots, n$ )を推定することができる。また、(3)式を用いたアルブミン濃度(w/v%)と水分の体積分率(%)の測定精度は2%以下となった。

$$C_k = a'_{k0} + a'_{k1} \cdot \gamma_1 + \dots + a'_{kn} \cdot \gamma_n \quad (3)$$

## 3. 結 言

皮下の体液量とアルブミン濃度を体外から光を当てただけで測定してリンパ浮腫を早期に発見する非侵襲計測手法についてTFDRSをベースに検討した。その

結果、波長の異なる複数の相対吸光度比 $\gamma$ の一次多項式によりアルブミン濃度(w/v%)や水分の体積分率(%)を2%以下の精度で測定できることを検証した。今後は、測定精度の実験的検証、および可搬型の測定装置を試作し診断装置の実用化を図る。

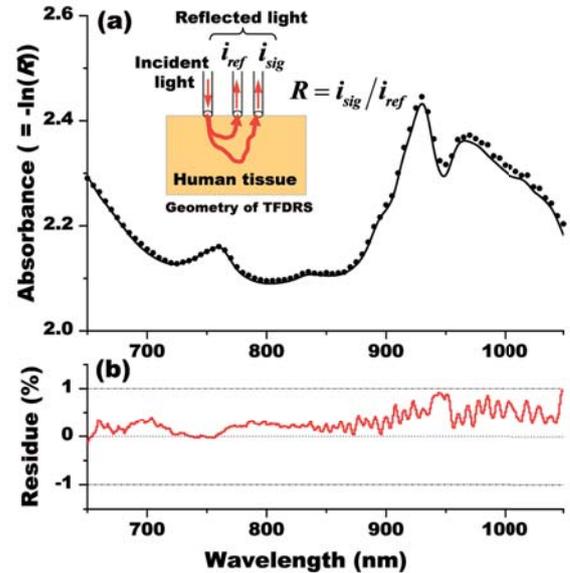


図1 (a) 被験者前腕部の反射スペクトルの実測値(●)と理論値(実線)、および(b)反射スペクトル実測値に対する理論値の誤差(ここでは誤差の実測値に対する比(%))。

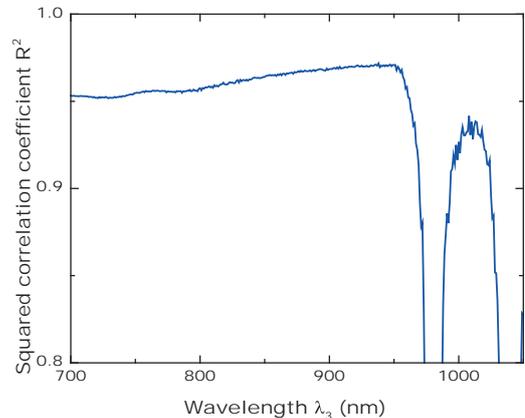


図2 相対吸光度比 $\gamma$ と生体組成 $C_k$ ( $k=1, \dots, n$ ;  $n$ は組成の数)との関係。

## 参考文献

- [1] Ridner, S. H. et al., Ann. Surg. Oncol. 26 (2019) 3250.
- [2] A. Maki et al.: Med. Phys. 22 (1995) 1997.
- [3] M. Oda et al.: J Jpn Coll Angiol. 49 (2009) 131.
- [4] 下村義昭: レーザー研究 39 (2011) 233.

# 三次元デジタル製造に関する要素技術の確立と実部品への応用

電子情報科 専門研究員 小笠原 耕太郎  
工業材料科 科 長 瀧内 直祐  
工業材料科 主任研究員 福田 洋平

三次元デジタル製造技術の業務への応用化に関する実証及び可能性試験を実施し、技術及びノウハウの集積、県内中小企業の業務での有効活用、そして、市場性の高い製品を自社開発する企業への展開を図ることを目的とする。本研究開発の2年度である平成31 / 令和元年度は、三次元デジタル製造技術を生産技術として活用することを目的として、3Dプリンター技術の樹脂利用に関する機械強度試験、そして、鋳造やプレス成形等の生産工程への応用を検討した。

## 1. 緒言

付加製造技術を中心とする三次元デジタル製造技術は、新たな産業の創出や既存産業へ革新をもたらす今後の核となる技術として期待されており、2020年での経済波及効果は20兆円を超えると予想されている。重厚長大産業に特化した企業が大部分を占める本県においては、特に、この状況から脱却し製品開発型中小企業への展開を図る技術として特に重要となる。これら技術の導入は、これまでの設計や生産のやり方の変更が生じ、また全く新しい分野となるため、技術課題やリスクがあり、工業技術センターに実証や可能性試験による先導的役割が求められる。そこで、3Dプリンター技術の樹脂利用に関するデータベースと、リバースエンジニアリング環境の構築及び計測データから3DCADモデル化技術を開発する。また、生産工程等の実部品用途への先導実験を実施する<sup>[1]</sup>。

本研究開発の最終年度である平成31 / 令和元年度は、樹脂の性能評価試験を行い多用途に活用できる基準を得るため、引張、曲げ、圧縮の機械強度試験と、

三次元デジタル製造技術を新たな生産技術として活用するため、鋳造とプレス成形等の生産工程への応用を検討した。

## 2. 実験方法

### 2.1 三次元デジタルエンジニアリング環境

三次元デジタル製造技術は、3Dプリンター技術、三次元スキャニング技術と、三次元形状データを構築、修正するソフトウェア技術であるデジタルエンジニアリング技術からなるが、今回構築した三次元デジタルエンジニアリング環境を図1に示す。

### 2.2 樹脂の性能評価試験

3Dプリンター技術は、コンピュータモデル(CADデータ)から迅速に精密な試作品を造形する三次元造形装置により構成される。当センターの導入機器Stratasys社製Connex350は、インクジェットノズルから紫外線硬化造形材料を紫外線照射により固めながら積層するインクジェット方式である。本装置は多種類の材料が使用できるため、多用途に活用できる基準を得るため、機械強度試験を行った。機械強度試験は、引張、曲げ、圧縮試験の3類で、日本工業規格(JIS)に準じ、引張試験JIS-K7162、曲げ試験JIS-K7171、圧縮試験JIS-K7181により行った。対象とした樹脂は、アクリル硬質/透明樹脂として、VeroWhitePlus/VeroClear、ポリプロピレンライクの樹脂として、RGD450Rigur、ABSライクの樹脂としてデジタルABSである。

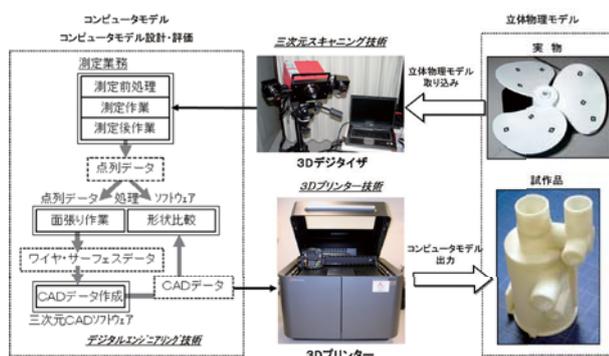


図1 三次元デジタルエンジニアリング環境

### 2.3 引け巣防止用冷却治具への応用試験

構築したデジタルエンジニアリング環境(図1)で実現した三次元デジタル製造技術を、鋳造時の密着性を改善した冷金製作に活用してその有効性の確認実験を行った。

鋳造の鑄込み業務において、肉厚差による内部欠落発生防止策として、部分的に急冷させる冷金と呼ばれる金属プレート治具を使用するが、現在は単純形状でその都度製作されるため、曲面形状で構成されるポンプ等においては木型に正確に装着することができ



図2 従来の冷金

ず、的確な冷却効果が得られない、また、製作や外す際に多大な手間がかかるという課題があった(図2)。そこで、木型の三次元デジタルデザインにより木型に正確にフィットした冷金を設計し、冷金の3Dプリンター造形による多数取り樹脂型を開発することにより、これら課題の改善を図る。

### 2.4 少量品用プレス加工用樹脂型への応用試験

突起形状の付与された樹脂注型用の型の製作に、3Dプリンター樹脂により製作したプレス型(デジタルモールド)の活用の可能性を探りプレス工程での実用性を検証した。

突起形状の付与された樹脂注型用の型は、突起形状が1mm以内程度の窪みが連続したディンプルと30mm

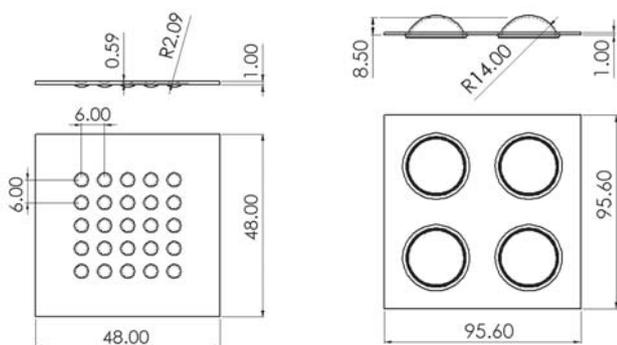


図3 少量品用プレス加工用樹脂型  
(左 ディンプル成形品、右 凹み成形品)

以内程度の凹みの2種で、現在、アルミの厚板の切削加工により製作しているため、アルミ板の板厚が厚くなり、また、製作時間がかかる課題がある。そこで、ディンプルと凹み部分の成形加工を薄板のプレス加工で行い、このプレス加工用型に3Dプリンター樹脂造形物が利用できないか検討した。図3に示す、プレス加工成形品を成形するプレス加工型(上型、下型)を3Dプリンターで造形し、プレス成形試験を行った。プレス成形は、精密万能試験機(株島津製作所製AG-100kNX plus)で行い、成形加工するアルミ板は、JIS-A1050Pの1mm厚を使用した。

### 3. 結果と考察

2. で述べたそれぞれの実験方法に関し、その実験結果と考察を以下に述べる。

#### 3.1 樹脂の性能評価試験

引張、曲げ、圧縮試験結果を以下に示す。圧縮試験は、通常のアクリル樹脂であるVeriWhitePlusのみの試験である。

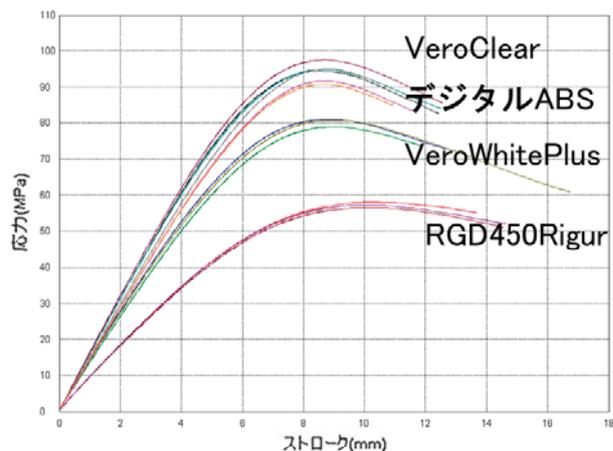
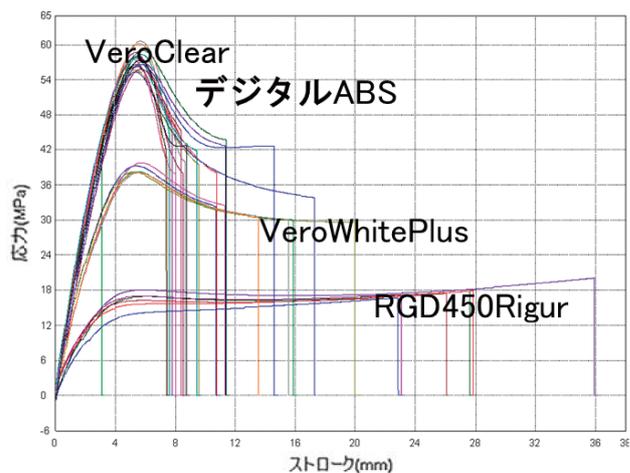


図4 引張試験(上)、曲げ試験(下)

引張試験、曲げ試験とも、強度的には VeroClear、デジタル ABS が強く、RGD450Rigur はこれらに比べ 6 割程度の強度であるが、プリプロペンライクの樹脂であるため、2 倍以上の伸びがあることが分かった。VeroClear に比べデジタル ABS は 1.3 倍程度伸び強度があるが、VeroWhitePlus と伸びに関する差異はなかった。

曲げ試験は、降伏点の強度が 93 MPa 程度であり、一般的なアクリル樹脂の強度を持っている。

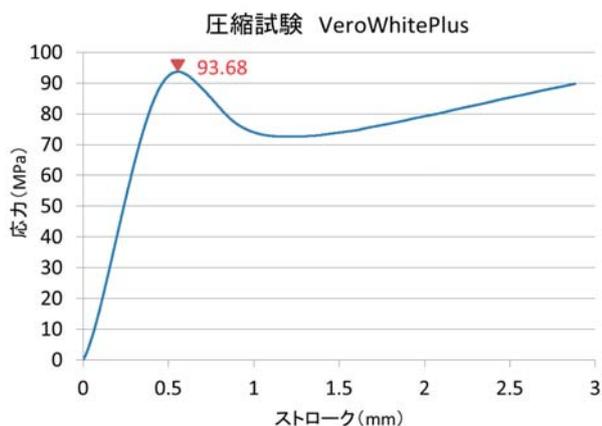


図5 圧縮試験

### 3.2 引け巣防止用冷却治具への応用試験

木型を計測し、計測データから設計した密着した冷金の 3 DCAD データを図6に示す。

冷金 CAD データから造形した 3D プリンター樹脂模型を多数配置した樹脂型を作成し、この樹脂型から冷金を鋳込む砂型を製作する (図7)。

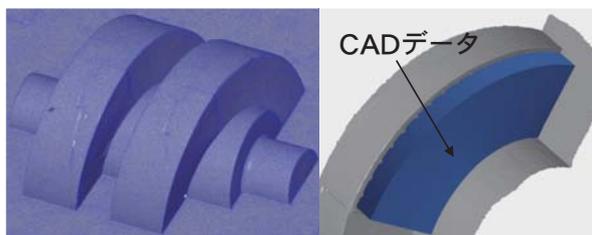


図6 木型計測データ (左)、CAD データ (右)

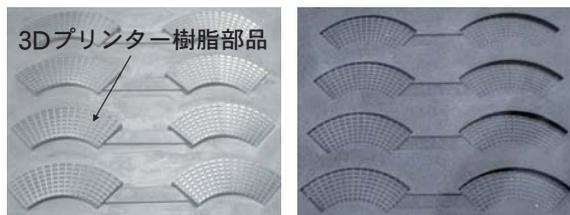


図7 多数取り樹脂型 (左)、砂型 (右)



図8 冷金 - 鋳造品 (左)、木型への冷金装着 (右)

この砂型で鋳込んだ冷金と、木型へ冷金を装着した様子を図8に示す。図8右より砂型を取り、実際に鋳込んだ鋳造品が図9である。

実際の木型の形状に合わせて設計し、高精細な 3D プリンター樹脂型により製作した冷金は、木型に高い密着性で装着できるため、内部欠落発生防止機能が良好な表面の仕上がりの良い鋳造品が製作できた。また装着性、脱着性もよく作業の効率化が図れた。



図9 鋳造品

### 3.3 少量品用プレス加工用樹脂型への応用試験

図10に 3D プリンターで造形した上下型と、この型でプレス成型したアルミ板をそれぞれ示す。球状凹みの成形は 90 kN、球状ディンプルの成形は 50 kN でそれぞれプレス加工を行った。



図10 ディンプルプレス型、成形品 (上)  
凹みプレス型、成形品 (下)

成形性を確認するため、プレス加工したアルミ板の上面の計測データと上型の CAD データを同じ位置に配置し、位置座標値の比較を行った偏差マップ作成した。その結果を図 1 1 に示す。いずれの場合も、接触ディンプル面位置での CAD データと成形品の偏差は 0.1 mm 以下に、また、平面箇所のみならず平面度も 0.3 以下に収まり良好な結果が得られた。

#### 4. 結 言

3Dプリンター技術の樹脂利用に関する性能試験として、機械強度試験、引張、曲げ、圧縮試験を行い、多用途に活用する基準を得た。3Dデジタイザとリバースエンジニアリング環境を構築し、三次元デジタル

製造環境を確立し、この環境を活用して、高精度治具の製作と少量品用プレス加工用樹脂型への実証試験を行い、鋳造とプレス成形等の生産工程への応用の可能性を確認した。これらを基に、今後、三次元デジタル製造技術の普及を図っていく。

#### 参考文献

- [1] 小笠原耕太郎、福田洋平、瀧内直祐：三次元デジタル製造に関する要素技術の確立と実部品への応用、No.48 長崎県工業技術センター研究報告、pp.18-21(2018).

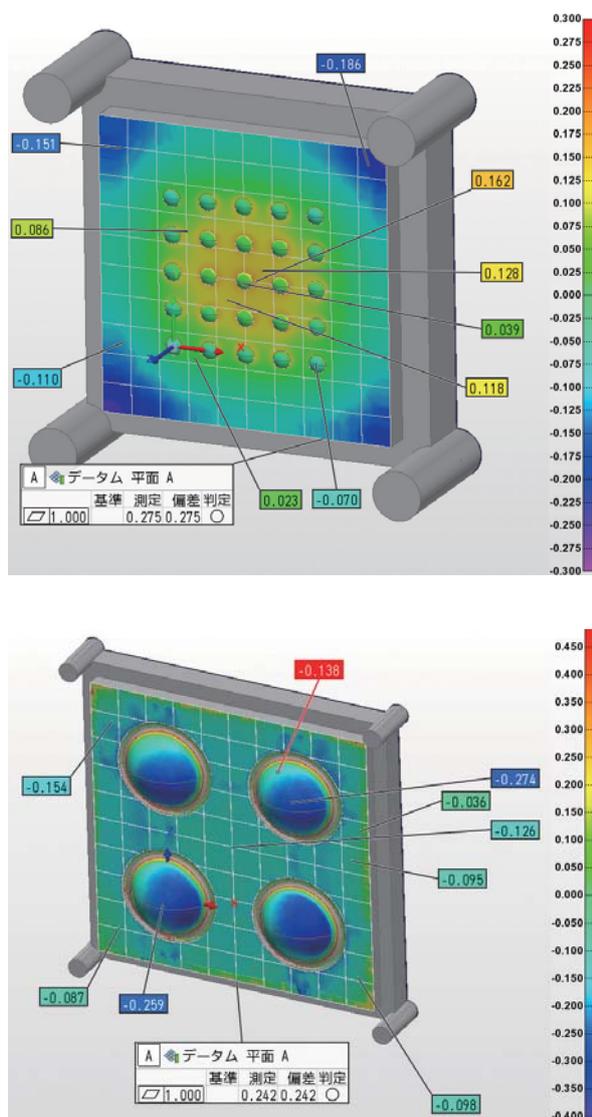


図 1 1 偏差マップ デンプルプレス型 (上)、凹みプレス型 (下)

# 機械学習を用いたロボット関連製品の制御技術の開発

電子情報科 主任研究員 堀江 貴雄

機械学習の手法であるディープラーニング（深層学習）は近年、物体判別、各種診断、予測など幅広い分野で注目されている。当初は画像診断の事例で注目されてきた技術であるが、本来画像診断に限らず、複雑な関数をif-then ルールでプログラムすることなく導出できる汎用技術である。したがって、十分な計算資源があればあらゆる問題に適用できると考えられている。本研究では、各種センサからのデータを用いてディープラーニングによりend-to-endで無人搬送車（Automatic Guided Vehicle：AGV）を自律制御することを目的とした。そこで、先ずディープラーニングを活用した画像と方位角による位置推定を行った。次に、画像と方位角からAGVの走行に必要な速度、移動方向、回転方向の走行制御パラメータを推定した。この結果、前処理なしの上記の入力データからAGVの自律走行を制御できることを確認した。

## 1. 緒言

無軌道によるAGV制御には、距離データや慣性データ、及び車輪回転数などを用いて環境地図の作成と自己位置推定を同時におこなうSLAM（Simultaneous Localization and Mapping）と呼ばれる手法が従来から用いられている。

一方、近年ではディープラーニングによる画像判別や機械制御の事例も多く報告されるようになった。特に、各種データから特徴量を自動的に抽出できることから、これまで人による設計が困難であった高度な認識システムの実現に期待がかけられている。

本研究では、オープンソフトウェアのNeural Network Console（ソニー社製）<sup>[1]</sup>を用いたディープラーニングにより画像と車両の方位角からAGVの移動制御パラメータを制御して複数の移動経路を自律走行できる移動ロボットを試作した。

## 2. Neural Network Console とメカナム AGV

### 2.1 Neural Network Console

近年、機械学習の一種であるディープラーニングが注目され、画像分類問題からはじまり、自動運転やロボット制御など様々な問題への適用が試みられている。多くはオープンソフトウェアを用いて具体的な開発が行われているが、これまでのif-thenルールによるプログラムと大きく異なるため、初学者には敷居が高いのも実情である。

Neural Network Consoleは機械学習の専門家でなくてもオリジナルのニューラルネットワークを設計し、その効果を検証できることを念頭に、ソニー社に

よって開発された機械学習用ソフトである。ネットワークの設計は豊富に用意されたコンポーネントをマウスでドラッグアンドドロップし、これらコンポーネントを線でつなぐことで可能であり、非常に直感的に構築可能である。また、データセットの確認、学習曲線の経過、検証結果についてもボタン操作のみで容易に可能である。そこで、本研究では効率的な開発を実施するため、このNeural Network Consoleを用いることとした。

### 2.2 メカナム AGV

試作したAGVはメカナムホイール（14193L,14193R、ヴァイストン社製）を有している。車両の前方にはカラー画像を取得するためのカメラ（RealSense Depth Camera D435i、インテル社製）、上部には車両の方位角を測定する磁気センサ（HWT905、WITMOTION社製）を搭載している（図1）。



図1 メカナム AGV

メカナムホイールはギヤヘッド付きブラシレスモータの出力軸に固定されている。各ブラシレスモータは各モータドライバによって速度制御可能であり、マイコン (Arduino UNO、Arduino 社製) を中継して制御用パソコンと接続されている。

AGV への指令は PC から USB を用いてマイコンへ各モータ回転速度と回転方向を指示することで可能である (図 2)。

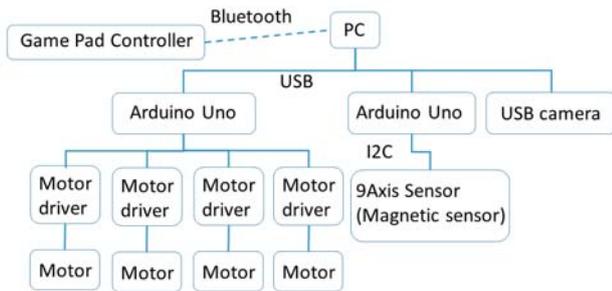


図 2 システム構成

また、市販のゲームパッドコントローラーで操作できるようにあらかじめプログラムを作成した。左スティックレバーの 2 軸入力で、スピード、および平行移動方向を指示でき、右レバーの左右方向入力でヨーイング方向の回転速度を指示できる。2 つのレバーを組み合わせることで、全方位への移動制御が可能である。

磁気センサの更新頻度は 50 Hz、画像の更新頻度は 5 Hz、コントローラ読み込み頻度は 5 Hz である。また、下記の 3. ネットワーク設計と学習結果で述べる学習データセットを様々な条件下で効率的に生成するためのコントロール画面 (図 3) を作成した。

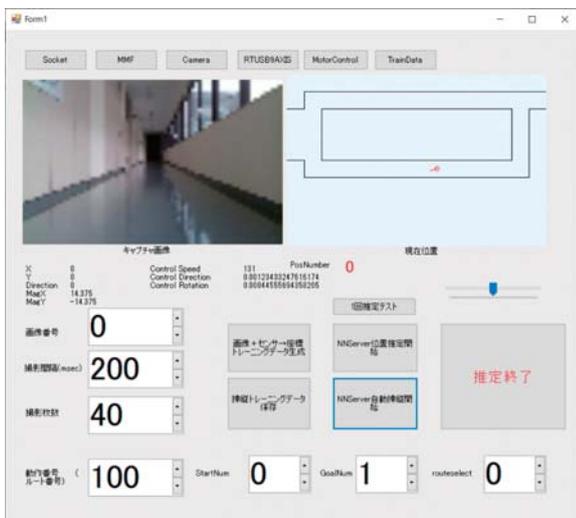


図 3 コントロール画面

### 3. ネットワーク設計と学習結果

#### 3.1 位置認識用データセット

ディープラーニングの活用事例には画像を提示すると猫や犬、自動車、人などカテゴリを推定する事例が多く報告されている。画像データの細かな特徴をうまくとらえて分類する機能を活用し、画像と方位角から屋内廊下の位置を推定することを試みる。

入力する位置認識用データセットは画像、磁気センサ X 値、磁気センサ Y 値とする。出力値は位置番号とする (表 1)。

表 1 位置認識用データセット

画像データ	磁気センサ X 値	磁気センサ Y 値	位置番号
pic0-0.png	0.6	-0.095	0
Pic1-0.png	-0.03	-0.555	1
Pic2-0.png	0.8	-0.230	2
Pic79-0.png	0.75	-0.153	79

画像は 50×75 の RGB 画像を用いる。車両前方向が磁気センサ Y 値、右方向が磁気センサ X 値となり、車両の方位角は  $-\pi \sim \pi$  として算出される。ロボットをコントローラで操作し、所定の位置で 360 度回転させながら、画像とその瞬間の二つの磁気センサ値、及び位置番号をデータセットとして csv ファイルに保存した。

屋内位置の推定を例として通路の起点から、1.2 m 間隔で番号を割り当て、各位置で 360 度の画像と磁気センサ値、位置番号からなるデータセットを生成した。AGV の移動経路はビル 2 階の周回経路とし、スタート (位置番号 0) から時計回りに周回してゴール (位置番号 79) までの間で 18,475 個のデータセットを収集した。

#### 3.2 位置推定ネットワーク

次に Neural Network Console でネットワークの設計をおこなった。画像による位置推定はスタートを 0、ゴールを 1 と出力する回帰問題で考えることもできるが、ここでは 0 ~ 79 の位置番号のうち 1 か所を選択する分類問題として解くこととした。

畳み込み層 9 層、全結合層 4 層のネットワークを設計し学習させたところ、99.38 % の精度で位置を推定することができた。さらに学習済みのネットワークで未学習のデータを推定したところ、92 % の確率で位置を推定することができた。

### 3.3 自動操縦用データセット

画像と車両の方位角のみで高精度に位置を推定できることから、この位置推定ネットワークの畳み込み層は十分な環境画像判別ができていると考えられる。そこで、この畳み込み層を生かして、位置に応じたコントローラ操作量を推定できるように転移学習させれば、自動操縦ができると考えた。また、スタートとゴールに一意的な番号を振り、複数ルートの中から選択したルートを自動操縦できるようにした。

AGVへの入力値は画像データ、2つの磁気センサ値、スタート番号(0から9までのどれかを選択)、ゴール番号(0から9のどれかを選択)、ルート番号(-1,0,1から選択)とした。出力値はコントローラから読み取った速度、移動方位角、車両回転速度とする。なお、ニューラルネットに入力するため、各コントローラからの出力値は-1~1に正規化して記録した(表2)。

表2 自動操縦学習用データセット

input	output
X1: 画像(50×75RGB), x2: 磁気センサX(-1.0~1.0), x3: 磁気センサY(-1.0~1.0), x4_0: スタート位置0(0or1), x4_1: スタート位置1(0or1), ..., x4_9: スタート位置9(0or1), x5_0: ゴール位置0(0or1), ..., x5_9: ゴール位置9(0or1), x6: ルート選択番号(-1or0or1)	y1: スピード値(-1~1), y2: 平行移動方向値(-1~1), y3: yaw回転速度値(-1~1)

ビル2階の屋内に目標地点を0~4番まで5か所設定し、地点0から地点1、2、3、4までの往路、復路を手動操作し、データを収集した。実験環境に選択した屋内廊下は太陽光が入るため、日差しの強い日中と暗くなる夕方を入力画像に大きな差がある。このため、制御を確実に行わせるには一日を通して網羅的に学習データを収集する必要があった。

また、直線走行時の細かな修正舵を学習させるためには、走行させながら車両に大きな外乱を与えて、その瞬間にコントローラで修正操作を与えて必要な操作データを収集する必要もあった。

学習データを収集し、図4で示すネットワークで学習を行い、得られたネットワークで自動走行実験をしながら、誤操作が発生すれば、リアルタイムでコントローラによる手動修正操作をおこなう。この時の入力データと操作データは追加データセットとして記録さ

れる。この作業を繰り返すことで229,811個のデータセットを作成して精度を向上させたが、作成したデータ収集用ツールを活用することで本作業の労力を大幅に低減することができた。

### 3.4 自動操縦用ネットワーク

位置推定ネットワークの構造を基本として、畳み込み層の最後にスタート、ゴール、ルート番号を結合するように改良した。位置推定ネットワークでは位置番号の分類問題としていたが、自動操縦では、-1~1の推定値を3つ出力する回帰問題とした。

Neural Network Consoleには、基本となるネットワーク構造を設定しておく、自動的に最適なネットワーク構造を探索する機能が用意されている[2]。最終的に得られた畳み込み層13層、全結合層6層を有するネットワークを図4に示す。

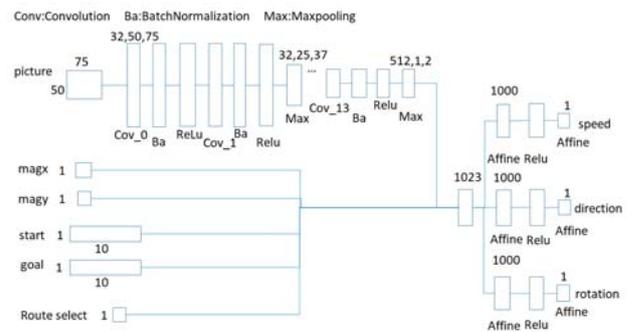


図4 自動操縦用ネットワーク

Neural Network ConsoleのPythonコードのexport機能を用いて学習済みネットワークをPythonコードに変換し、推論サーバーを実装した。C#言語でインタフェースを作成し、インタフェースから入力値をUDP通信によりサーバーに送ると、推論結果を返信するように実装をおこなった。試作したシステムのスループットは5.5 Hzとなった。

自動操縦の例として、地点0から地点1~4への各移動時における、T字路での車両回転速度(Yaw speed)を図5に示す。また各経過時間に対応した入力画像を図6に示す。

このT字路は地点1、2に向かう場合には直進、地点3、4に向かう場合には左折するべき分岐点である。学習データに含まれないデータとして、新たにこのT字路を手動操作で左折走行させて入力データとした。

車両回転速度の値は、AGV直進方向が0、左回転が正、右回転が負の値をとる。

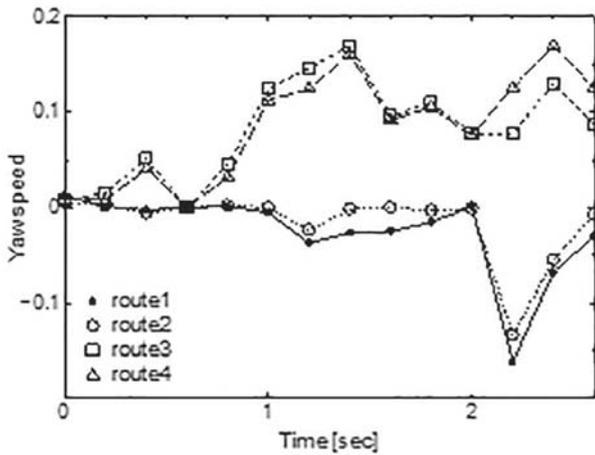


図5 4つの移動経路における車両回転速度の推定結果



図6 検証用入力画像

地点3、4、5をゴールに設定した場合の車両回転速度は0.8秒時点から明確に正の値、すなわち左折の推定結果を出力している。

一方、地点1、2をゴールに設定した場合は0、すなわち直進の制御を行っている。1.2秒時点からは、AGV車体が左折方向に回転していることを察知し、直進に修正しようと右に操舵しようとしていることも読み取れる。2.2秒時点で最大の右回転の出力を行っている。最後の2.6秒時点では、向きが大きく左に向

いてしまい、事前に学習した入力データの範囲から外れたことで、修正操作が行われなくなっていると考えられる。

以上の結果から、学習したニューラルネットワークがうまく移動制御操作を推定できていることが分かる。各ルートのスタートからゴールへの走行実験においても良好な結果が得られた。また目標地点に到着した時の停止機能についても確認した。地点1から地点4への移動を指示し、自動走行をおこなわせた結果、目標地点に到達すると速度指令値は減少し、おおよそ1m以内で停止できることを確認した。

#### 4. 結 言

オープンソースのニューラルネットワーク設計ツールである Neural Network Console を用いて、ネットワークの設計を行い、画像、車両の方位角、スタート番号、ゴール番号、ルート番号を用いて、メカナム台車を自立的に制御可能なことを確認した。

試作したAGVは、従来手法のように内部で地図を作成することなく、自動的に選択した経路を走行して目標地点に到達することができる。

今回のAGV試作によって、ディープラーニングの汎用性を実感できた。今後はエレベータを活用した多層階間での移動や、指定された物資を自動で搬送するシステムなどより複雑な自立走行への応用を検討する。また、今回得られたノウハウを活用し、県内企業からの要望が多い産業機械の自動化への技術支援にも活用していきたい。

#### 参考文献

- [1] 小林由幸, “AI のもたらす産業の変革とソニーの取り組み事例”, <http://www.tec-lab.pref.gunma.jp/info/download/files/2018ai-02.pdf>, 2018.
- [2] 小林由幸, “Neural Network Console 活用テクニックのご紹介”, [https://www.slideshare.net/Sony-Neural\\_Network\\_Console\\_Libraries/20171206-sony-neural-network-console](https://www.slideshare.net/Sony-Neural_Network_Console_Libraries/20171206-sony-neural-network-console), 2017.

# 低コストで高機能な発光サイン用導光板の開発

(導光板用金型をレーザー加工で安価に作製することで低コスト・高機能な発光サインを実現する)

電子情報科 主任研究員 田中博樹

近年、導光板そのものを表示板として利用する用途が増えてきている。この用途では、発光パターンの異なる複数枚の導光板を点灯と消灯で切り替えて表示内容を変えることにより、指示する方向を変えられる方向指示板等として利用できる。このような発光サイン用導光板を広く普及させるには、導光板を低コストで量産できる製造技術が必要となる。本研究の目的は、発光サイン用導光板の成形金型をレーザー加工により安価に作製する技術を確立し、さらに、1枚の導光板で表示内容を切り替えることができる発光サインを実現することである。本研究では、導光板表面に形成するドットについて、光学シミュレーション解析により、光の入射方向で発光強度が大きく変化する形状を考案した。次に、考案したドット形状を導光板表面に形成できる金型を検討し、レーザー加工で加工条件を変えて複数種類の金型を作製した。また、作製した金型で導光板を成形し、成形した導光板の輝度測定を行い、光の入射方向により10倍以上の輝度比が得られる成形条件を見出した。さらに、実験で得られた結果をもとに、光の入射方向により指示方向を変えることができる方向指示板を試作した。

## 1. 緒言

導光板は側面から入れた光を拡散させ、表面に光を出す板状の部材で、アクリル製の導光板は、液晶ディスプレイのバックライトや発光する看板のバックライトとして主に用いられている。また、最近では、導光板表面を均一に発光させるのではなく、文字、記号、またはロゴマークといった一定のパターンで発光するように加工し、導光板そのものを表示板として利用しているもの(以下、発光サインという)もある。

上記用途の中で、液晶ディスプレイのバックライト用導光板で特に求められるのは、高輝度であることと均一な面発光であることである。また、大量生産が前提であるため、多数のV字溝を持った金型で射出成型を行い、表面に多数のプリズム構造を持つ導光板を製造するのが一般的である。

一方で、看板のバックライト用導光板および発光サイン用導光板の製造では、アクリル板にレーザーで多数の細かな傷を付ける方法が主に用いられている。また、看板のバックライト用導光板の製造では、散乱体をインクジェット印刷する方法も用いられている。これは、看板のバックライト用導光板および発光サイン用導光板の生産量が液晶ディスプレイのバックライト用導光板ほどは大量でないため、同様の方法で金型を作製してはコストが合わないためである。

しかしながら、一品物ではなくある程度の数量の看板のバックライト用導光板または発光サイン用導光板

を製造する必要がある場合、上記のレーザー加工やインクジェット印刷では量産性が低いため、より量産性が高い製造方法の確立が求められている。

本研究では、発光サイン用導光板の金型をレーザー加工により安価に作製する技術を確立することを目的とした。これにより、従来手法と比較して発光サインの低コストでの量産が可能となる。

また、導光板を発光サインとして用いる場合に、発光パターンの異なる複数枚の導光板を点灯と消灯で切り替えて表示内容を変えることにより、指示する方向を変えられる方向指示板や対象物の状態(入と切や開と閉など)を知らせる表示板として利用できる。そこで、本研究では、図1に示すような光源の照射方向により発光パターンを切り替えることができる導光板の実現も目的とした。これが実現できれば、発光パターンの切り替えに必要な導光板の枚数を半減でき、材料減と製造時間の短縮によるさらなる低コスト化が可能となる。

## 2. 研究内容と結果

上記の目的を達成するために、本研究では以下の4つの研究項目を実施した。①光学設計とシミュレーション解析による発光パターンの切り替えに最適な導光板の表面形状の検討、および検証実験、②前記の導光板の表面形状を形成できる金型の検討、およびレーザー加工による金型の作製条件の探索、③金型を用いて

導光板に所望の表面形状を安定的に形成する加工条件の探索、④発光パターン切り替え型導光板の設計・試作、および機能評価。以下に実施した内容を記述する。

本研究で開発する導光板は一定のパターンで発光させる必要がある。これについては、表面に微小なドットを多数形成し、点描の要領でパターンを作成することにした。また、導光板の材質は透光性が高く安価なアクリルを用いることとした。

最初に、導光板表面に形成するドットの形状を検討した。1枚の導光板で発光パターンの切り替えを実現するには、アクリル導光板の側面に入射させる光の方向によって導光板表面の発光強度が大きく変化するようなドット形状が必要となる。したがって、ドットの形状は単純な半球状ではなく、複雑な構造を持つことになる。このドット形状を検討するために、光線追跡法<sup>[1],[2]</sup>によるシミュレーション解析を行った。この解析に用いたソフトウェアはZEMAX (ZEMAX Development Corporation 社製) である。

解析では、光の入射方向によって発光強度が大きく異なるようなドット形状を考案し、考案した形状の各部位の寸法を変化させたときの発光強度を計算した。次に、光の入射方向だけを90°変えて発光強度を計算し、入射方向変更前の発光強度との比を求めた。計算結果の一例を図2に示す。部位によっては図2 (a)

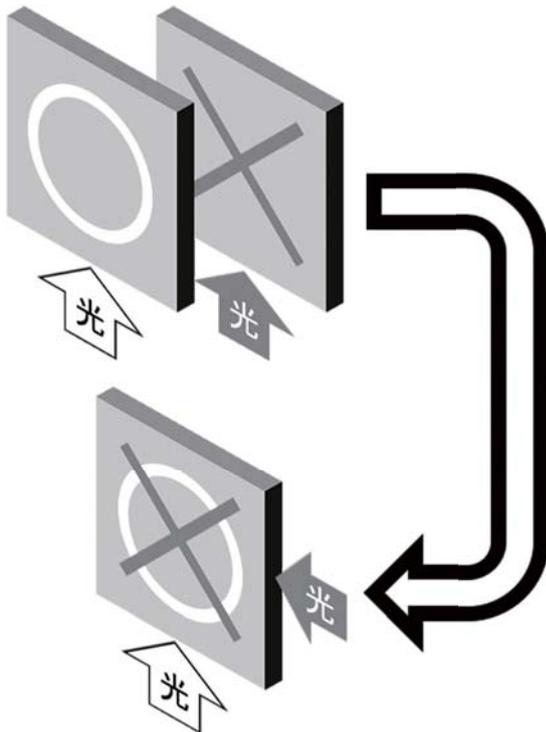


図1 光源の照射方向によるパターン切り替えのイメージ

のように寸法に比例して単調に増加した。しかし、あまり寸法を大きくすると微小ドットとはいえなくなり、自由に配置してパターンを形作ることができなくなる。そこで、最適条件を探索する際の寸法の上限は500  $\mu\text{m}$ とした。他の部位では、図2 (b) のように寸法に対して発光強度比が最大値を持つような結果も得られ、主要な部位について計算を行った結果から、発光強度比が最大となる条件を見出した。

次に、検証実験を行った。検証には、考案した形状で各部位の寸法が異なるマイクロオーダーの微細なドットを有する複数の導光板サンプルが必要となる。そこで、本検証実験で用いる導光板サンプルはフェムト

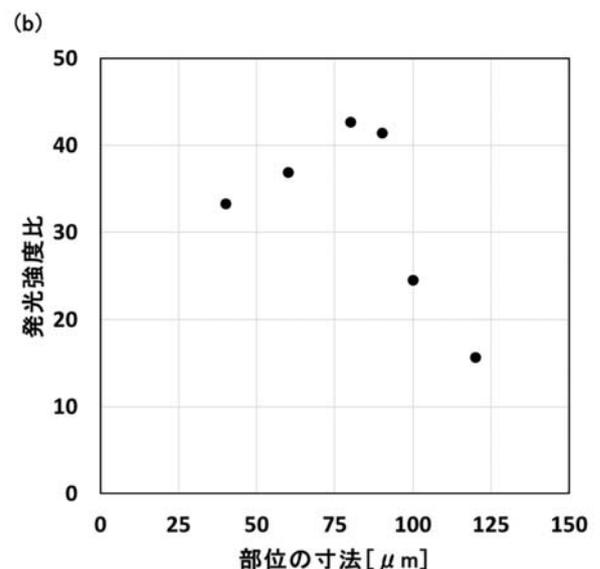
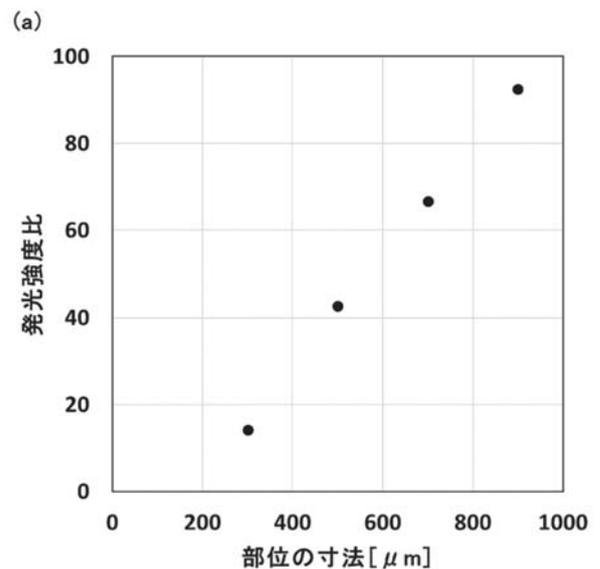


図2 微小ドット各部位の寸法を変えたときの発光強度比の計算結果の例

秒レーザーを用いた特殊加工により作製した。検証実験では、導光板サンプルの側面のある方向とそれと垂直な方向からLEDライトの光を入射させ、それぞれの入射方向での導光板表面の輝度を色彩輝度計（トプコンテクノハウス製 BM-7A）で測定した。その結果、入射方向による輝度比の変化がシミュレーション解析の発光強度比の変化と定性的に同様の結果となり、解析手法の妥当性を確認できた。

次に、考案したドット形状を導光板表面に形成できる金型についての検討を行い、レーザー加工で金型を作製した。金型の素材にはステンレス (SUS304) の表面を 400 番バフによって研磨仕上げしたものを用いた。加工用レーザー装置には、Yb ファイバーレーザーマーカ（パナソニック製 LP-Z250）を用いた。この加工用レーザー装置には、パルス発振のレーザー光を出射するレーザー発振器、ガルバノモーターに取り付けられた X 軸ミラーおよび Y 軸ミラー、ならびに集光用  $f \theta$  レンズが内蔵されている。X 軸ミラーおよび Y 軸ミラーは、ガルバノモーターにより高精度に反射角を変えることができ、その反射角の組み合わせにより加工対象面の任意の場所に集光スポットを移動させることができる。この集光スポットの位置、移動軌跡および移動速度は装置制御用のコンピューターによって設定できる。また、レーザー光のパワー、パルス幅およびパルスの周期についても、同様に設定できる。これらの設定パラメーターを変えながら複数種類の金型を作製した。なお、ここで作製した金型のドットの配置については、文字や記号等のパターンになるようには配置せず、多数のドットを等間隔に配置した。これは、作製した金型を用いて形成した導光板について、輝度比の測定を行うために、単純で測定しやすい発光面とするためである。輝度比の測定の方法は、シミュレーション解析の検証実験と同様の方法であり、導光板の側面のある方向とそれと垂直な方向から LED ライトの光を入射させ、それぞれの入射方向での導光板表面の輝度を色彩輝度計（トプコンテクノハウス製 BM-7A）で測定し、入射方向による輝度比を求めた。

実験結果の一例を以下に記述する。実験では、金型を加工する際に、図 3 に示すように、集光スポットを一定の間隔で平行に移動させ、平行する複数本の加工痕を形成した。この加工痕の本数と加工痕間の距離を変化させて複数種類の金型をし、その金型を用いて成形した導光板で得られる輝度比を測定した結果をま

めたものが表 1 である。この実験でパラメーターとした加工痕本数と加工痕間距離については、加工痕本数が多いほど加工形状が複雑になり、加工痕間距離が短いほど加工形状が緻密になっていく。加工形状が複雑で緻密であるほど、輝度そのものは高くなる傾向にあ

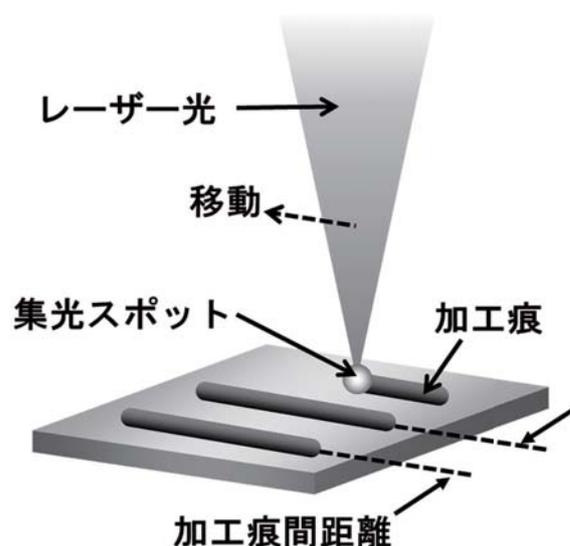


図 3 レーザー加工痕と加工痕間距離のイメージ

表 1 加工痕本数と加工痕間距離を変えたときの輝度比

No.	加工痕本数	加工痕間距離	輝度比
1	2	30 $\mu\text{m}$	6.72
2	2	40 $\mu\text{m}$	7.85
3	2	50 $\mu\text{m}$	4.68
4	3	30 $\mu\text{m}$	7.24
5	3	40 $\mu\text{m}$	9.77
6	3	50 $\mu\text{m}$	6.59
7	4	30 $\mu\text{m}$	5.74
8	4	40 $\mu\text{m}$	6.92
9	4	50 $\mu\text{m}$	4.82
10	5	60 $\mu\text{m}$	7.61
11	5	70 $\mu\text{m}$	10.1
12	5	80 $\mu\text{m}$	10.1
13	5	90 $\mu\text{m}$	8.52
14	6	60 $\mu\text{m}$	7.72
15	6	70 $\mu\text{m}$	9.82
16	6	80 $\mu\text{m}$	6.33

るが、光源の照射方向により発光パターンを切り替えることができる導光板を実現するためには、光源の照射方向を変えたときの輝度比が大きいこと、すなわち、導光板の側面のある方向から光を入射させると高い輝度が得られ、それと垂直な方向から光を入射させると僅かな輝度しか得られないことが重要である。加工形状が複雑で緻密になり過ぎると、高輝度にした照射方向での輝度の増加よりも、低輝度にした照射方向での輝度の増加の方が大きくなり、結果として輝度比が低くなる。実際、表1に示した測定結果の中で、加工痕本数が最多の6本の場合に、加工痕間距離が最小なのはNo.14の条件で、輝度比は7.72であるが、No.14の条件よりも加工痕間距離が10  $\mu\text{m}$  大きいNo.15の条件の輝度比は9.82となっており、より大きい値が得られている。表1に示した測定結果全体では、No.5、No.11、No.12およびNo.15の条件において、10倍程度の輝度比が得られた。特に、No.11とNo.12の条件では加工痕間距離が10  $\mu\text{m}$  変化しても10倍以上の輝度比が得られており、金型の寸法誤差に対して安定した輝度比をもつ導光板の作製が可能と考えられる。

最後に、実験で得られた結果をもとに、光源の照射方向により指示方向を変えることができる方向指示板を試作した。この試作で用いた金型(サイズ50 mm×50 mm×8 mm<sup>1</sup>、材質SUS304#400研磨)の写真を図4に示す。金型の表面には、指示方向が90°異なる矢印として認識されるように、点描の要領でドットを配置した。図4では、下向き矢印と右向き矢印があり、その一部が重なっている。この金型を用いて、導光板を形成した。成形した導光板の端面から光を入射させたときに、導光板表面がどのように発光するかについて、図5を用いて説明する。左端面から入射した光を強く拡散し、上端面から入射した光をあまり拡散しないドットを○の位置に配置する。同様に、上端面から入射した光を強く拡散し、左端面から入射した光をあまり拡散しないドットを●の位置に配置する。この導光板に、左端面から光を入射させると、○の位置のドットは強く光って見えるのに対して、●の位置のドットはあまり光って見えないため、観察者には右方向を指し示す矢印が認識される。同様に、上端面から光を入射させると、●の位置のドットは強く光って見えるのに対して、○の位置のドットはあまり光って見えないため、観察者には下方向を指し示す矢印が認識される。図5に示したようなドットパターンで

試作した方向指示板の実際の発光の様子を図6に示す。図6(a)は、方向指示板の左端面から右方向に向けてLEDライトを照射した場合の方向指示板表面の写真である。図5の○に相当するドットは強く光り、●に相当するドットの発光は非常に弱いいため、はっきりと右向きの矢印が認識される。一方、同じ方向指示板に上端面から下方向に向けてLEDライトを照射させると、図6(b)に示すように、図5の●に相当するドットは強く光り、○に相当するドットの発光は非常に弱いいため、はっきりと下向きの矢印が認識される。

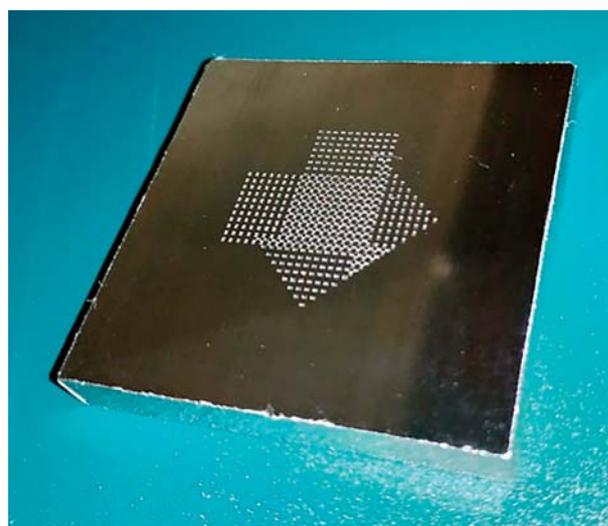


図4 方向指示板試作用金型の写真

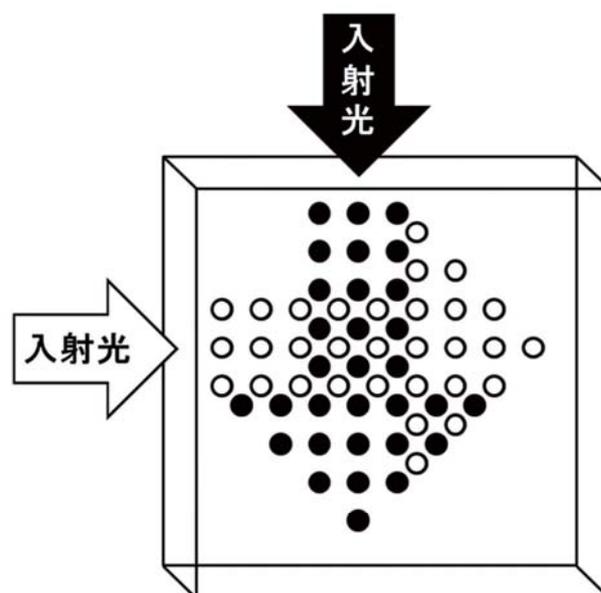


図5 方向指示板のドットパターンのイメージ

このように、端面から入射させる光の点灯および消灯を制御することで、必要に応じて指示する方向を変えることができる方向指示板を1枚の導光板で実現した。

### 3. 結 言

本研究では、発光サイン用導光板の成形金型をレーザー加工により安価に作製する技術を確立し、さらに、1枚の導光板で表示内容を切り替えることができる発光サインを実現すること目的とした。

そこで、本開発では導光板表面に形成するドットについて、光学シミュレーション解析により光の入射方向で発光強度が大きく変化する形状を考案した。次に、

考案したドット形状を導光板表面に形成できる金型を検討し、レーザー加工で加工条件を変えて複数種類の金型を作製した。試作した金型で導光板を成形し、成形した導光板の輝度測定を行い、光の入射方向により10倍以上の輝度比が得られる金型の作製条件を見出した。上記実験で得られた結果をもとに、光の入射方向により指示方向を変えることができる方向指示板を実現した。

### 参考文献

- [1] 草川徹：レンズ光学、東海大学出版会、1988.
- [2] 牛山善太、草川徹：シミュレーション光学、東海大学出版会、2003.

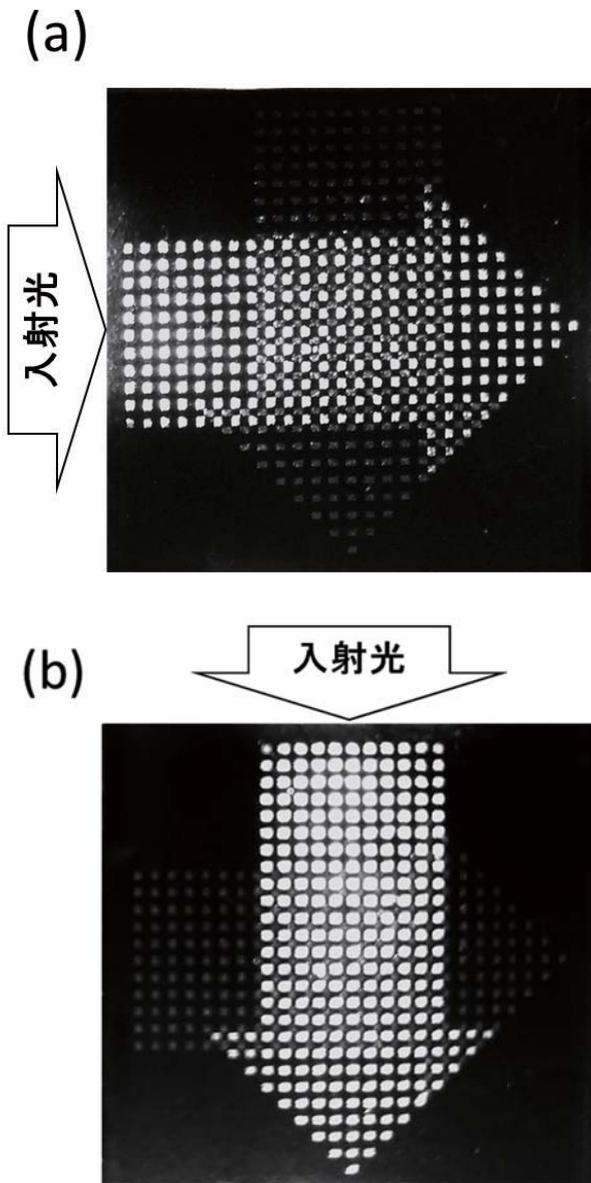


図6 試作した方向指示板の発光の様子

# 複雑事象解析に対応可能な連成シミュレーション技術の開発（第2報）

工業材料科 専門研究員 重光 保博

信頼性の高い予測が困難な複雑事象に対して、連続体力学に基づく CAE(Computer-Aided Engineering) とマイクロシミュレーションを融合したマルチスケール連成シミュレーションの実用化が待望されている。本報告では、両者を連結する事例として水分子の膜透過現象を取り上げ、分子動力学の知見から膜透過性能を予測することを試みた。

## 1. 緒言

近年、人工知能や IoT 等の技術トレンドと並行して、シミュレーション技術のモノづくりへの活用が進み、シミュレーションは実験の検証にとどまらず、モノづくりを主導する役割を果たしつつある。長崎県では海洋関連工学・再生可能エネルギー工学分野を推進しており、CAE は関連インフラ設計や地理・気象解析へ貢献する先端技術として期待されている。シミュレーション解析を受託ビジネスとする県内 CAE 関連企業は、県内の潜在 CAE マーケットにとどまらず、県外への積極的な展開を実現するため、従来の技術では解析困難な複雑事象を扱うことができる高度なシミュレーション技術を必要としている。平成 27 年に当センターに導入した「連成解析システム」は、従来の構造解析・流体解析の独立事象解析だけでなく、両者が複雑に絡む事象に対する連成解析も実行可能である。

前段研究「連成統合シミュレーション(注1)技術の開発と普及支援(平成27年度—平成29年度)」では、「連成解析システム」を活用して CAE 関連企業の技術支援を行い、構造-流体連成シミュレーションの性能評価と普及を行った(図1)。

本研究は、この技術開発を継続発展させ、マルチスケールシミュレーション(注2)環境を構築し、将来的にそれを活用した県内企業の技術支援を行うことを目的とする。

具体的な目標として、流体シミュレーションのマクロ基礎方程式である Navier-Stokes 方程式と、分子拡散を記述する拡散方程式、さらに分子レベルのマイクロ挙動を記述する分子動力学をリンクし、流れ場の中で化学反応が生起する複雑事象の解析を目指す。

このようなマクロとマイクロをつなぐ凝縮系の物性理論は、「階層構造」の枠組として構築されている<sup>[1]</sup>。分子レベルからみると、液体は個々の分子の膨大な相互作用が刻一刻と変化する多体問題であり、方法論としては第一原理分子動力学法で直接的に記述される。この膨大な情報から、流体物性を決める重要な因子を取り出す「粗視化」によって、膨大な自由度を絞り込む必要がある。分子間相互作用を乱雑力として近似することで generalized Langevin 方程式へ、さらに衝突前後の相関を無視することによってメソスケールの Boltzmann 方程式へ移行する。さらに Boltzmann 方程式を Chapman-Enskog 近似によって粗視化することでマクロスケールの Navier-Stokes 方程式へ移行する。

分子動力学法による膜透過性能の予測は精力的に研究が行われており、シミュレーションとモデリングの両方で着実な改善が得られている<sup>[2]</sup>。しかし、未だ困難な定量的予測に向けてマイクロとマクロをつなぐ「スケールの壁」を克服するため、粗視化法や非平衡 MD 法などの新規手法が模索されている。本年度は、ナノメートルサイズの細孔を通過する流れについて、簡単モデルの流体解析厳密解と分子動力学法の結果を照合し、マクロな流体现象を再現する分子シミュレーションの有効性について検討した。

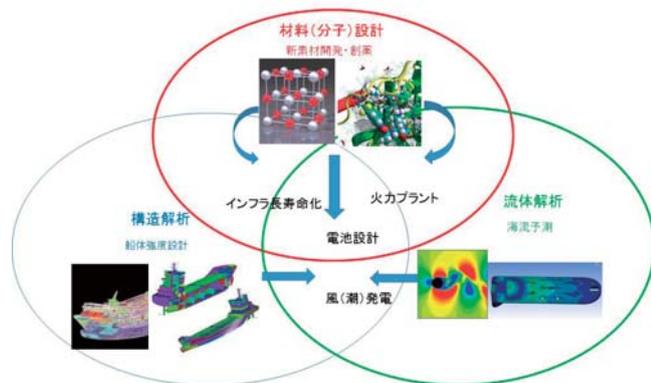


図1 連成解析のイメージ図

## 2. 手法・結果・考察

### 2.1 多層スリットモデル：モデリング

吉田らの多層グラフェンスリットモデル<sup>[3][4]</sup>を参考にして、ポリアミド (PA) 膜を模した多層スリットモデルを構築した。PA オリゴマーは、代表的な PA 膜である FT-30 の分子モデリングを踏襲して<sup>[5]</sup>, meta-phenylene diamine (MPD) と trimesoyl chloride (TMC) の 1:1 の共重合体として作成した (図 2)。CrossLink は考慮せず linear oligomer としてモデリングし、所定の領域に充填してスリットを作製した (図 3)。

PA オリゴマー 15 量体の充填とスリットモデル作製には Packmol<sup>[6]</sup>を用い、PA オリゴマー 15 量体の作製および分子動力学インプットデータの作製には WinMostar<sup>[7]</sup>を用いた (図 4)。

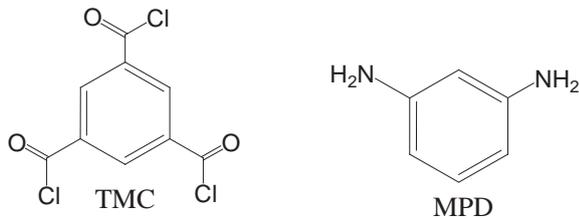


図 2 ポリアミドモノマーの分子式

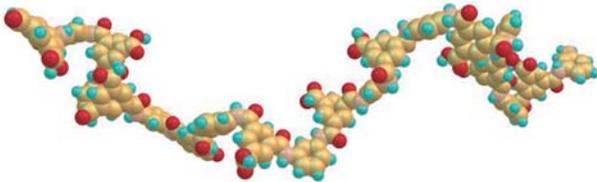


図 3 PA オリゴマー 15 量体の直鎖モデル

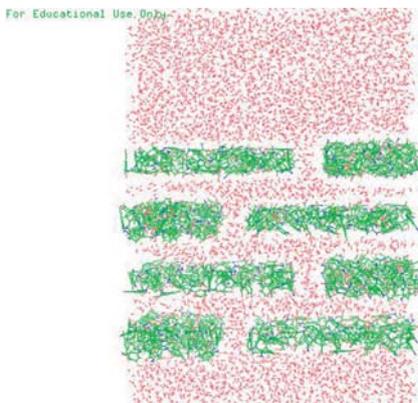


図 4 PA オリゴマーと水の 4 層スリットモデル

### 2.2 多層スリットモデル：流体解析解<sup>[3][4]</sup>

PA スリットモデルの幾何パラメータは、吉田らのモデルを踏襲したが、PA スリットの厚みを考慮した付加項を追加した。

$L_m$  : スリット長  
 $l_m$  : スリット厚み  
 $h_m$  : スリット間隔 (縦)  
 $\delta h$  : スリット境界層厚み (縦)  
 $D_m$  : スリット間隔 (横)  
 $\delta D$  : スリット境界層厚み (横)  
 $b$  : すべり長  
 $\eta$  : 粘性係数  
 $L_A = D_m + 2L_m$  : スリットセル単位長

マクロ流体が 2 層からなるスリットモデルを通過すると仮定した場合、各ステップの透過係数は流体力学の解析解によって表現される (図 5)。

(I) スリット開口部への流入ステップ<sup>[8]</sup>

$$L^{(1)} = \frac{\pi D_m^2}{32\eta L_A}$$

(II) スリット層間への流入ステップ

$$L^{(2)} = \frac{1}{2} \frac{\pi (2h_m)^2}{32\eta L_A}$$

(III) スリット層間を通過するステップ

$$L^{(3)} = \frac{(h_m)^2}{12\eta L_m L_A} + \frac{b(h_m)^2}{2\eta L_m L_A}$$

(IV) スリット開口部からの流出ステップ

$$L^{(4)} = \frac{(D_m)^3}{12\eta (l_m)^2} + \frac{b(D_m)^2}{2\eta (l_m)^2}$$

$N$  層からなる多層 PA スリットの透過係数  $L^{(HD)}$  は、上記 4 ステップの合成和になる (図 6)。

$$L^{(HD)} = \left[ \frac{N}{L^{(1)}} + \frac{N}{L^{(4)}} + (N-1) \left( \frac{L^{(2)} + L^{(3)}}{2L^{(2)}L^{(3)}} \right) \right]^{-1}$$

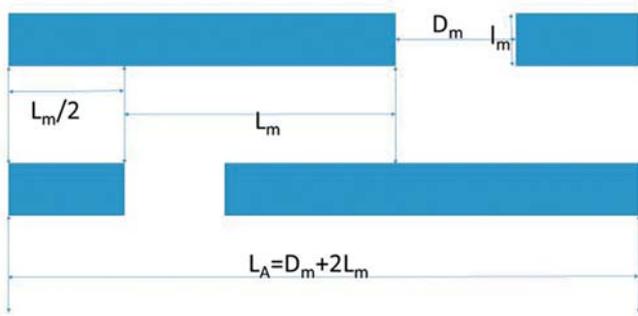


図5 スリットモデルの幾何パラメーター

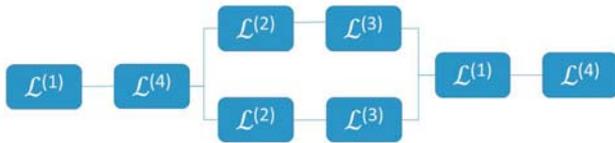


図6 2層スリットモデルの合成透過係数

### 2.3 多層スリットモデル：分子動力学

分子動力学シミュレーションはLAMMPS<sup>[9]</sup>で実行した。PA15量体にはGAFF力場、水分子にはTIP3P力場を用いた。水分子の配置は1 g/cm<sup>3</sup>で行い、PAスリット内部には水分子は存在しない。

1 nsのNVT (T=300K) 平衡化後、水分子が透過する鉛直方向をZ軸にとり、LAMMPSのaddforceコマンドで1.0 (Joule/mol.nm)の圧力をセル上方の水層に印加して、スリットを介した水分子の透過シミュレーションを行った。1 psのシミュレーションからトラジェクトリを抽出し、スリット出口から流出する水分子数をカウントして流出量を直接求めた。透過係数 $L^{(MD)}$ は、以下の定義から計算した。

$$L^{(MD)} = \frac{Q}{\Delta P}$$

### 2.4 結果：N=1の場合

2.2の考察から、透過係数 $L^{(HD)}$ は以下の式で表される。

$$L^{(HD)} = \left[ \frac{1}{L^{(1)}} + \frac{1}{L^{(4)}} \right]^{-1} = \left[ \frac{1}{\frac{\pi D_m^2}{32\eta L_A} + \frac{1}{\frac{(D_m)^3}{12\eta(l_m)^2} + \frac{b(D_m)^2}{2\eta(l_m)^2}}} \right]^{-1}$$

$$\approx \left[ \frac{1}{\frac{\pi D_m^2}{32\eta L_A}} + \frac{1}{\frac{(D_m)^3}{12\eta(l_m)^2}} \right]^{-1} \quad (\text{no-slip-condition})$$

幾何パラメーターを以下のとおり定義する。

- $L_m = 7 \text{ nm}$
- $l_m = 0.5 \text{ nm}$
- $h_m = 0.5 \text{ nm}$
- $\delta h = 0.5 \text{ nm}$
- $D_m = 0.5 \text{ nm}$
- $\delta D = 0.5 \text{ nm}$
- $b = 0 \text{ nm}$  (no slip condition)
- $\eta = 0.85 \times 10^{-3} \text{ (Pa.s)}$
- $L_A = 14.5 \text{ nm}$

この時、 $L^{(HD)} \approx 1.92 \text{ (nm / Pa.s)}$

一方、分子シミュレーションから透過係数 $L^{(MD)}$ を直接算出すると、

$$L^{(MD)} = \frac{Q}{\Delta P} = \frac{qn}{(\Delta P)(\Delta t)(\Delta S)}$$

$$= \frac{(3.5 \times 10^{-29})(12)}{(10^{10})(10^{-12})(10^{-18})} = 1.71 \text{ (nm / Pa.s)}$$

以上から、 $L^{(HD)}$ と $L^{(MD)}$ は良い一致を示した。

### 2.5 結果：N=2,3,4…;7の場合

2.4の幾何パラメーターを2.2の $L^{(HD)}$ の一般式へ適用すると、

$$L^{(HD)} \approx [0.52N + 0.42(N-1)]^{-1}$$

一方、分子シミュレーションから透過係数 $L^{(MD)}$ を直接算出すると、

- $L^{(MD)} (N=2) = 4.3 \text{ (nm/Pa.s)}$
- $L^{(MD)} (N=3) = 1.4 \times 10^1 \text{ (nm/Pa.s)}$
- $L^{(MD)} (N=4) = 6.8 \text{ (nm/Pa.s)}$
- $L^{(MD)} (N=5) = 5.37 \text{ (nm/Pa.s)}$
- $L^{(MD)} (N=6) = 5.37 \text{ (nm/Pa.s)}$
- $L^{(MD)} (N=7) = 2.69 \text{ (nm/Pa.s)}$

スリット数の増加に対する定性的な挙動は、 $L^{(HD)}$ の解析解と $L^{(MD)}$ の数値解はおおむね一致し、スリット数の増加に対して透過係数は減少した。水分子のミクロ挙動に注目すると、圧力印加によるPAスリットのたわみや、たわみに影響された水分子の跳ね返り様相がみられる。PAスリット内部を通過する水分子は

なく、全ての透過水分子はPA スリット間隙を通過していた。この2点については、印加圧力とシミュレーション時間の調整が必要と考えられ、解析が続いている。また、すべり長、実効スリット幅などの境界層パラメーターの値によっても、 $L^{(MD)}$  は大きく変化する。

### 3. 結 言

膜透過現象は、非平衡熱力学のマクロ式と境界層モデルを用いて定式化されている。現実の動作プロセスにおいて、マイクロ分子レベル挙動とマクロ流体挙動の両方を適切に考慮したシミュレーション手法は発展途上にある。

今回、すべり長、実効スリット幅などの境界層パラメーターは所与の値を用いたが、将来、これらのパラメーターを分子動力学シミュレーションから見積もることができれば、境界層の様相をシミュレーションから予測することが可能になる。膜分子と溶媒・溶質とのマイクロ相互作用を適切に配慮しつつ、マクロな濃度分極モデルに反映することが、膜透過シミュレーションの重要な鍵となる。

### 参考文献

- [1] 川崎恭治、「非平衡と相転移-メソスケールの統計物理学-」、朝倉書店 (2000).
- [2] H.Ridgway, J.Orbell and S.Gray, J.Membrane Sci., 524, 436-448 (2017).
- [3] 吉田広顕、ながれ、35, 285-290, (2016).
- [4] H.Yoshida and L.Bocquet, J.Chem.Phys., 144, 234701, (2016).
- [5] M.J.Kotelyanskii, N.J.Wagner and M.E.Paulaitis, J.Membrane Sci., 139, 1-16, (1998).
- [6] L. Martínez, R. Andrade, E. G. Birgin, J. M. Martínez. Packmol: A package for building initial configurations for molecular dynamics simulations. J.Comput.Chem., 30(13):2157-2164 (2009).
- [7] Winmostar V9, X-Ability Co. Ltd., Tokyo, Japan, 2019.
- [8] H.Hasimoto, J.Phys.Soc.Jpn., 13 633-639 (1958).
- [9] LAMMPS, <http://lammps.sandia.gov>.

(注 1) 連成統合シミュレーション：

材料力学解析と流れ解析を組み合わせて、両者が

相互に影響する複雑事象を解析するシミュレーション。通常は、前者は連続体力学の構成方程式、後者は Navier-Stokes 方程式に基づき、独立して求解される。しかし構造変形とそれに伴う流れ変化の相互作用が無視できない場合、両者を連立して求解することで正しい解を得ることができる。連成統合シミュレーションの具体例は、海中構造物の荷重解析・風車の空力解析・血管中の血液流れ解析など。

(注 2) マルチスケールシミュレーション：

サイズの大きく異なる複数要素から構成されている解析対象では、各要素が別々の物理方程式に支配されている。このような場合、それぞれの支配方程式を解いてそれを接続する必要がある。膜分離プロセスを例にとると、配管内の流れは巨視的 Navier-Stokes 方程式、膜内外の物質収支は現象的拡散方程式、膜を介した分子イオン挙動はマイクロ Newton 方程式 (分子動力学) でそれぞれ記述され、これらの解を接続してマルチスケールシミュレーションを実現する。

# 分子複合による耐熱性樹脂材料の開発

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 特任教授 古 川 信 之

合成樹脂ライニングは、造船やプラントといった本県主要産業との関わりが深く、基材へ耐蝕性、絶縁、またはメタルフリーなどの機能を付与することにより、既存製品の高付加価値化へ寄与している。それらの特徴をいかして、近年では化学プラント、電気機器、または半導体製造分野に進出が期待されている。本研究では、耐熱性と機械特性を両立するライニング用の樹脂材料を開発することを目的とした。とくに汎用樹脂ライニングとの差別化を図り、ライニングの高付加価値化のために、汎用エポキシ樹脂と耐熱性新規熱硬化性樹脂であるポリベンゾオキサジンの複合化を試みた。まず汎用エポキシ樹脂と複合するポリベンゾオキサジンを合成検討した。次いでポリベンゾオキサジンとエポキシ樹脂を複合化し、その複合効果を検証した。その結果、芳香族系ポリベンゾオキサジンにおいて、前駆体を高分子量化にすることで、単独でのフィルム化、シート化が可能であり、かつ耐熱性と可とう性を両立することがわかった。また、エポキシ樹脂にポリベンゾオキサジンを複合化することにより、耐熱性改善に効果が高いことがわかった。

## 1. 緒言

合成樹脂ライニングは、造船やプラントといった本県主要産業との関わりが深く、基材へ耐蝕性、絶縁、またはメタルフリーなどの機能を付与することにより、既存製品の高付加価値化へ寄与している。それらの特徴をいかして、近年では化学プラント、電気機器、または半導体製造分野で期待が高まっている。近年、この分野におけるライニング資材の高性能化の期待が高く、とくに耐熱性と機械特性を両立する合成樹脂材料が望まれている。

そこで、本研究では合成樹脂ライニング用途を対象として、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）を両立する新規なエポキシ樹脂系の合成樹脂ライニング資材の開発を目指した。とくに、これまでの研究において、エポキシ樹脂とある種の熱硬化性樹脂を複合化することにより樹脂組成物の耐熱性改善に効果が高いことを見出している。よって、本研究ではベース樹脂であるエポキシ樹脂と複合化する熱硬化性樹脂、とくに高耐熱性と可とう性を両立するポリベンゾオキサジンを得ることを目的として、高分子量型ベンゾオキサジンの合成を試みた。ベンゾオキサジン樹脂は、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実用検討が進んでいる熱硬化性樹脂である。高分子量型ポリベンゾオキサジンについて

は、ポリウレタン樹脂やポリアミド樹脂との複合効果等について報告例<sup>[1],[2]</sup>もあり、エポキシ樹脂との複合効果も期待される。そこで、合成した高分子量型ベンゾオキサジンとエポキシ樹脂を複合化し、その耐熱性に及ぼす分子構造の影響を調べた。

## 2. 実験方法

### 2.1 試料及び試薬

本研究において使用したベンゾオキサジン（ポリベンゾオキサジンの前駆体）やエポキシ樹脂の原料、及び溶媒類は全て市販品を精製、又は蒸留することなくそのまま使用した。図1にベンゾオキサジンの合成に使用したジアミン系モノマーの構造と略号を示す。

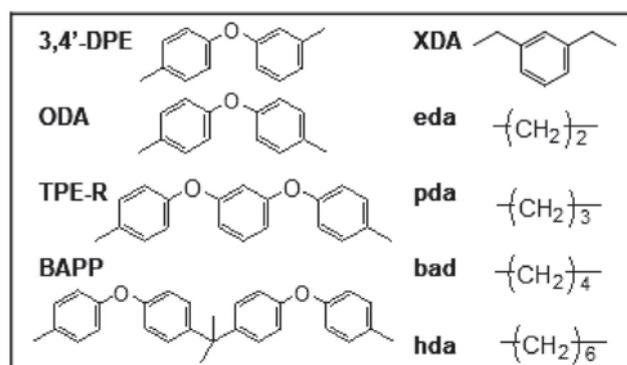


図1 ジアミン系モノマーの構造と略号

## 2.2 ベンゾオキサジン(ポリベンゾオキサジン前駆体)の合成

300 mL 容セパラブルフラスコにビスフェノールA (BPA) とジアミンを仕込み、メタノールに溶解させた。モノマー種によっては完全に溶解しない系もあったが、その場合はN-メチルピロリドン (NMP)、またはテトラヒドロフラン (THF) を若干量添加して完全に溶解させた。次いで、パラホルムアルデヒドを添加し、還流下で所定時間攪拌した。

次いで、反応液を 1500 mL の純水に投入し激しく攪拌した。これを濾別することにより、白色粉体を得た。この粉体をイソプロピルアルコールで計 3 回洗浄と濾過を繰り返した。得られた粉体を 60 °C で定温乾燥、次いで真空乾燥することにより、ベンゾオキサジン(ポリベンゾオキサジン前駆体)を白色から淡褐色の粉体として得た。そのほかの操作は既報<sup>[3]</sup>に準じた。本合成系の反応を図 2 に例示する。

生成物は赤外分光分析、及び 1H-NMR により、ベンゾオキサジン環が生成していることを確認した。また GPC 分析(後述)より未反応モノマーが残存していないことを確認した。

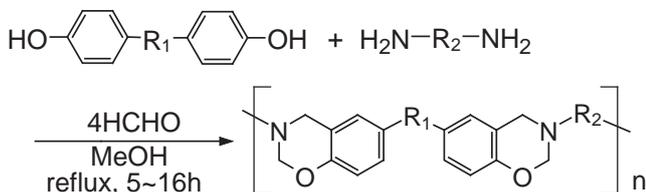


図 2 本合成系の反応式

## 2.3 ポリベンゾオキサジンフィルムの作製

2.2 節で得たベンゾオキサジンを N-メチルピロリドン (NMP) の 25 % 溶液とした。予め攪拌脱泡した溶液を、離型フィルムを貼付したガラス板上に均一に塗布した。塗布厚さは、硬化後のフィルムの厚さが 100  $\mu$ m になるように調整した。塗布後、送風乾燥機を用いて 80 °C にて 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、金枠に固定して加熱処理した。加熱処理は、140 °C にて 1 時間、170 °C にて 1 時間、200 °C にて 1 時間、そして 240 °C にて 1 時間と段階的に温度を上げながら実施した。放冷後、金枠から外して、ポリベンゾオキサジンフィルムを得た。

## 2.4 ポリベンゾオキサジンとエポキシ樹脂の複合化

2.2 節で得たベンゾオキサジンとエポキシ樹脂(主剤と硬化剤)の所定量を混合し NMP 溶液とした。以降、2.3 節と同様の操作と熱処理を行い、ポリベンゾオキサジン/エポキシ樹脂複合フィルムを得た。また、厚膜成形することによりシート状の成形体を得た。

## 2.5 測定と分析

### 【分子量、及び分子量分布】

ゲル浸透クロマトグラフィー (GPC) により分析した。分子量は標準ポリスチレンを使用した検量線から換算して算出した。分析条件は以下のとおりとした。カラム; Shodex LF604 $\times$ 3 本、検出器: 紫外可視分光光度検出器、測定波長: 254 nm、移動相: THF、カラム槽温度: 40 °C、移動相流量: 0.6 mL/min

### 【重量減少温度 ( $T_{5\%}$ 、 $T_{10\%}$ )、及び 540 °C 残渣率 ( $RW_{540}$ )】

熱重量示差熱同時測定により測定した。測定条件は、30 mL/min の窒素気流下、昇温速度 10 °C/min とした。初期から 5 %、及び 10 % の重量が減少した温度をそれぞれ 5 % 重量減少温度、10 % 重量減少温度とした。また、初期重量に対する 540 °C 時点における重量の割合を 540 °C 残渣率とした。

### 【線熱膨張率 (CTE)】

ポリベンゾオキサジンフィルムから長さ 13 mm $\times$ 幅 5 mm の短冊状試験片を切出した。チャック間距離 10 mm にて引張モードの熱機械測定を行い、熱膨張曲線から平均線熱膨張率 (CTE、50 °C $\sim$ 200 °C) を求めた。なお、測定に際しては、一旦加熱昇温させた後、常温まで冷却し、再度加熱昇温した。平均熱膨張率 (CTE) は、2 回目の昇温時の TMA カーブを採用した。測定条件は、30 mL/min の窒素気流下、初期荷重 10 mN、昇温速度 5 °C/min とした。

### 【ガラス転移温度 ( $T_g$ )】

ポリベンゾオキサジンフィルムから長さ 50 mm $\times$ 幅 5 mm の短冊状試験片を切出した。チャック間距離 20 mm にて動的粘弾性測定を行い、得られた損失正接 ( $\tan \delta$ ) のピーク温度をガラス転移温度 ( $T_g$ ) とした。測定条件は 30 mL/min の窒素気流下、印加周波数 0.1 Hz、昇温速度 5 °C/min とした。

## 3. 結果と考察

### 3.1 ベンゾオキサジンの合成と硬化フィルムの特性

ベンゾオキサジン合成反応の初期段階において若干の不溶物が生成したが、反応が進行するとともに完全

に消失した。これは、ホルムアルデヒドとジアミンによるトリアジンオリゴマーの生成によるものと推測された。いったん生成したトリアジンオリゴマーは熱的に不安定であるために、時間の経過とともに分解し、反応系内にホルムアルデヒド、及びジアミンとして取り込まれて消失したものと考えられる。オリゴマー型ベンゾオキサジンの合成においては、ゲル生成とその除去が課題となっているが、本合成系においては、全ての合成系でゲルが生じることはなかった。原料にホルマリンではなく、粒状パラホルムアルデヒドを使用したため、系内のホルムアルデヒド濃度をアミン濃度、フェノール基濃度に対して低く抑えることができたためと考えられる。なお、得られたベンゾオキサジンはNMPなどの極性溶媒に対して易溶性を示した。

ベンゾオキサジン硬化物(ポリベンゾオキサジン)のフィルムはいずれも図3に示すように可とう性に富んだ褐色透明フィルムとして得られた。フィルム厚さは概ね100  $\mu\text{m}$ 程度であった。従来のモノマー型ベンゾオキサジンは脆性が強く、一般的にフィルム化が困難である。たとえフィルム化することができたとしても、非常に脆いために、折り曲げたり、丸めたりすることはできなかつた。一方、本研究で得られたオリゴマー型ベンゾオキサジンは、フィルム化することが可能で、かつ容易に折り曲げることができた。



図3 ポリベンゾオキサジンフィルム

表1にベンゾオキサジン、及びその硬化物の特性を示す。今回合成したベンゾオキサジンは、分子量は芳香族系が2,800から6,000弱、及び脂肪族系が2,500から4,800程度の高分子量体だった。芳香族系ジアミンを用いた樹脂系の方が高分子量化していた。

$T_{d5}$ と $T_{d10}$ は4環系ジアミンであるBAPPを用いたポリベンゾオキサジンが最も高かった。単環系のジアミンXDAを用いたポリベンゾオキサジンは、 $T_{d5}$ 、 $T_{d10}$ 、及び $RW_{540}$ の何れにおいても最も低い値を示し、化学的耐熱性に乏しいという結果になった。その一方で、CTEはXDAを用いた系が最も小さく、常温から200  $^{\circ}\text{C}$ 程度の共有結合の切断(熱分解)をとみなわな

い温度域においては熱安定性に優れていると考えられる。脂肪族系については、化学的耐熱性に及ぼすジアミン鎖長の影響は小さかった。

表1 ポリベンゾオキサジンの特性

Sample	Mw	$T_{d5}$ [ $^{\circ}\text{C}$ ]	$T_{d10}$ [ $^{\circ}\text{C}$ ]	$RW_{540}$ [%]	CTE [ppm/K]
BPA/XDA	2813	262	287	32.2	20.7
BPA/3,4'-DPE	5927	327	350	67.0	26.8
BPA/ODA	4266	325	342	58.0	41.0
BPA/TPE-R	4928	325	352	45.2	69.8
BPA/BAPP	3108	353	383	46.0	39.7
BPA/eda	4766	267	296	20.2	15.7
BPA/pda	4374	293	322	50.1	37.0
BPA/bda	2512	276	307	35.2	26.6
BPA/hda	-	221	257	14.3	-

図4にビスフェノール類をBPAに固定して、芳香族ジアミン類を種々変化させたポリベンゾオキサジン硬化物の熱重量減少曲線を示す。同じく、図5に脂肪族ジアミン類を種々変化させたポリベンゾオキサジン硬化物の熱重量減少曲線を示す。 $RW_{540}$ を比較すると、ODA(2環体)>TPE-R(3環体)>BAPP(4環体)の順に高くなった。しかし、単環系ジアミンのXDAは最も低い値を示した。XDAはメチレン結合を介しているため、脂肪族ジアミンと同様に位置付けられる。芳香族系では、架橋点間距離が短いものほど化学的耐熱性が高い傾向にあったことから、ポリベンゾオキサジンの化学的耐熱性は架橋密度と相関があると考えられる。また、2環系ジアミン同士の比較では、3,4'-DPE>ODAとなった。これは、p-p体よりもp-m体の方が分子鎖のパッキング(充填)効果が高いためと考えられる。

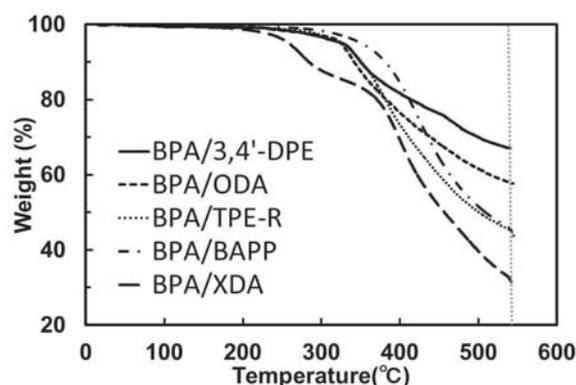


図4 硬化物の熱重量減少曲線 (BPA/芳香族系ポリベンゾオキサジン)

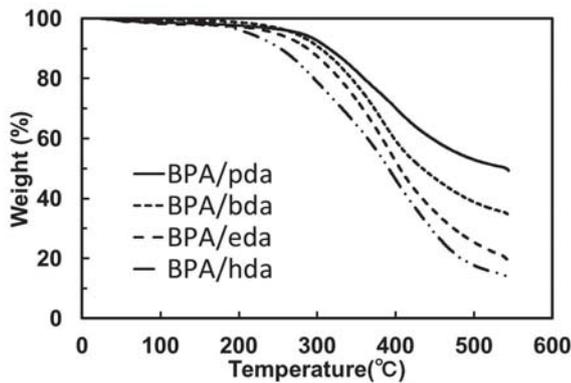


図5 硬化物の熱重量減少曲線  
(BPA/ 脂肪族系ポリベンゾオキサジン)

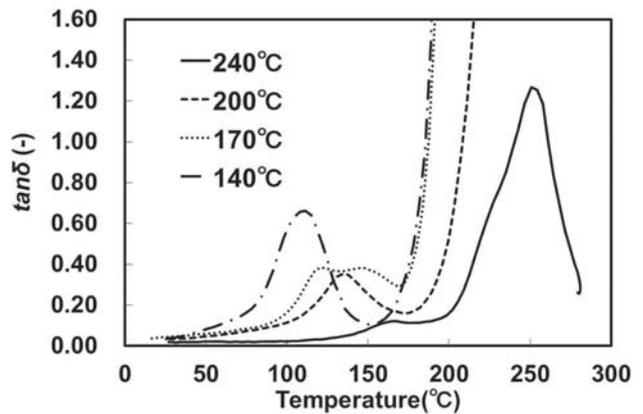


図7 熱処理温度と損失正接の関係  
(BPA/TPE-R 系ポリベンゾオキサジン)

図6にBPA/TPE-R系ベンゾオキサジンの熱処理温度と貯蔵弾性率 ( $E'$ ) の関係を示す。熱処理温度が高いものほど硬化が進行し、 $E'$  の転移域が高温側にシフトした。140°Cで熱処理したものは、100°C付近で急激に $E'$  が低下し、ベンゾオキサジン単体でのフィルム接着剤としての可能性を示唆するものであった。

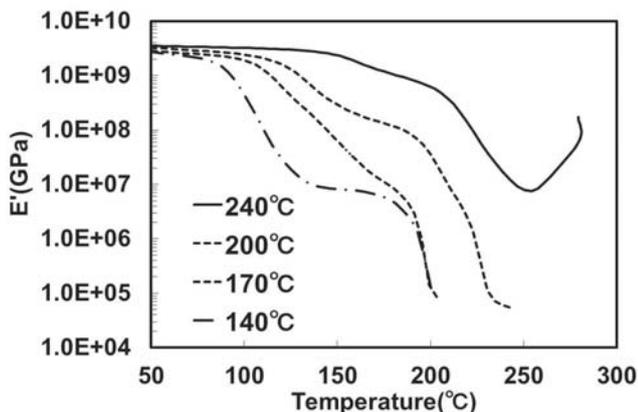


図6 熱処理温度と貯蔵弾性率の関係  
(BPA/TPE-R 系ポリベンゾオキサジン)

図7にBPA/TPE-R系ポリベンゾオキサジンの熱処理温度と損失正接 ( $\tan \delta$ ) の関係を示す。硬化温度が低いものは、100°Cから150°C付近にかけて未硬化部に由来する  $T_g$  が観測された。今回加熱硬化条件 (1時間) では240°Cにおいても160°C付近に若干の未硬化部に由来する  $T_g$  が観測された。なお、硬化部の  $T_g$  は251°Cだった。

### 3.2 ポリベンゾオキサジンとエポキシ樹脂の複合化

エポキシ樹脂に対して、ベンゾオキサジンを0%から60%まで添加して複合化フィルムを作成した。ベンゾオキサジンには前節で得たBPA/TPE-R系ベンゾオキサジン (Aタイプ)、及びBPA/BAPP系ベンゾオキサジン (Bタイプ) を用いた。複合化フィルムの特性を表2に示す。エポキシ樹脂単体の  $T_g$  は146°Cであるが、Aタイプのポリベンゾオキサジンを10%、30%、及び60%と複合していくと、ガラス転移温度は168°C、232°C、そして266°Cと順次向上した。同じく、曲げ強さ、比摩耗量もポリベンゾオキサジンとの複合率とともに向上していくことが確認された。しかし、ベンゾオキサジン複合率が一定以上、ここでは60%以上では、たとえ脆性を改良した樹脂とはいえ、その成形性は実用上十分ではなかった。また、部分的に硬化物表面にピンホールの発現が確認された。

エポキシ樹脂にBタイプのポリベンゾオキサジンを複合化したものも概ね同様の傾向を示したが、その成形性は複合率とともに極端に低下した。

表2 エポキシ樹脂/ポリベンゾオキサジン複合体

No.	ベンゾオキサジン構造	ベンゾオキサジン配合率	ガラス転移温度 [°C] (目標>200)	曲げ強さ [MPa] (目標>90)	比摩耗量 [-] (目標: エポキシ樹脂以下)	成形性
1	エポキシ樹脂 100%	0%	146	108	1.00	○
2	A	10%	168	125	0.92	○
3	A	30%	232	158	0.77	○
4	A	60%	266	169	0.59	×
5	A	100%	296	—	—	×
6	B	10%	196	118	1.04	○
7	B	30%	218	124	0.87	×
8	B	60%	265	148	0.64	×

#### 4. 結 言

- 1) 高分子型ベンゾオキサジンの合成過程ではホルムアルデヒド源に粒状のパラホルムアルデヒドを用いることにより、ゲル生成を抑制することができた。
- 2) 高分子型ベンゾオキサジンのフィルム成形能は良好であり、可とう性に富んだ硬化物を得た。
- 3) 2環系芳香族ジアミン (3,4'-DPE、ODA) を用いたポリベンゾオキサジンは、540℃残渣率が高かった。難燃性向上が期待できる。
- 4) 5%及び10%重量減少温度は、脂肪族ジアミン(XDA)よりも、芳香族ジアミンを用いた系の方が高かった。
- 5) 半硬化状態(140℃加熱)のフィルムは、常温において良好なハンドリング性を有す一方で、100℃～150℃付近で軟化することがわかった。
- 6) 高分子型ベンゾオキサジンをエポキシ樹脂と複合化するとワニス粘度が低下することがわかった。また、ガラス転移温度の向上に寄与することがわかった。

#### 参考文献

- [1] 古川信之、市瀬英明、竹市力、ネットワークポリマー論文集、41、pp.18-25 (2020).
- [2] 古川信之：接着、49、pp.15-26 (2005).
- [3] 市瀬英明、池田まゆみ、大塚瑞希、里見暢子、古川信之、竹市力、構造接着研究シンポジウム講演要旨集、1、24 (2016).

# 海水魚用展示蓄養水槽の開発

## (食用活魚展示・蓄養のためのコンパクト水槽システムの開発)

食品・環境科 科 長 大 脇 博 樹

これまで漁獲地でしか食べられなかった新鮮な活魚を大消費地でも食べられるようにするためには、①「漁獲地での蓄養」、②「高密度・長時間の輸送」、③「消費地での展示蓄養」が必要となる。当センターではこれまでに、①「漁獲地での蓄養」につながる「閉鎖循環式陸上養殖システムの開発」や、②「高密度・長時間輸送」を目指した「活イカ輸送システムの開発」を行ってきた。

本研究テーマでは、③「消費地での展示蓄養」を実現するために、当センターが所有する海水浄化技術を活用して、水換えやメンテナンス間隔を大幅に伸ばすことが可能で、かつ飼育水に着色や悪臭が発生しない、新たな展示・蓄養水槽システムを開発し、実際の店舗での運用試験までを行うことを目指す。

研究開発初年度である本年度は、活魚輸送と販売を行う協力企業との試験場所に関する打ち合わせを行い、試作する展示蓄養水槽と海水浄化ユニットの仕様の決定を行った。

### 1. 緒言

水産業振興と近年急速に増加している訪日客向けの魅力ある商品開発が求められており、これまで水揚げ漁港でしか食べられなかった活魚を都会の料亭等で提供することは、この目的に大きくかなうものと思われる。また、水産県長崎は国内でも有数の漁獲量を誇っており、県内で水揚げされた魚の高付加価値化を図るために、消費地に生きたまま輸送すること、きれいに展示して高い価値を維持することは重要であり、漁業者だけではなく輸送事業者、販売者等、漁獲から販売に至るまでに関与するすべての事業者にも利益をもたらすことになる。

当センターでは、海水電解を利用した海水浄化システムの開発を行い、活イカ輸送装置の製品化・事業化等を実現してきた実績があり、大消費地に活魚を安価に届けることが技術的に可能となってきた<sup>[1]</sup>。

地価や人件費の高い都会の料亭等で生きた魚介類(活魚)を展示・蓄養する水槽システムは、付属装置である水浄化装置はできるだけコンパクトであること、水換えやメンテナンスの間隔をできるだけ伸ばせるシステムであることが求められる。しかしながら、従来の浄化システム(魚介類の排出物を生物濾過技術により浄化する)では、浄化ユニットが大型にならざるを得ないだけでなく、微生物の活動の際に生成される着色有機物の蓄積により飼育水が茶褐色になり見た目が悪くなること、カビ等が発生して悪臭が生じやすく飼育魚にもおいが移ること等の問題があり(図1)、

比較的短い頻度で水換えやメンテナンスを行う必要があった。



図1 生物濾過の影響で着色した展示水槽

これまで当センターで開発を続けてきた海水電解を利用した海水浄化システムは、海水に溶存している臭化物イオンや塩化物イオン等のハロゲン化物イオンを陽極酸化して次亜臭素酸や次亜塩素酸等のオキシダントを生成させ、魚介類が排出する有害成分であるアンモニアを窒素に直接変換することで飼育水の水質浄化を行う。また、オキシダントの殺菌効果により微生物の繁殖を抑制することで飼育水の着色や悪臭の発生を抑制できる。このシステムは生物濾過システムと比較して著しく低容量であることも特徴の一つであり、今

回開発を目指している都会における活魚の展示蓄養水槽に適用するには最適の技術であると考えられる。

本研究開発では、実際に店舗で利用できる展示蓄養水槽の開発を目指すこととし、浄化システムの仕様を決定し、試作機の作成を行い、実際の店舗での試験を実施する予定とした。

## 2. 検討内容

開発終了後に本展示蓄養水槽を設置する実店舗での利用を想定して、水槽サイズ、海水浄化システムの仕様を検討した。

本研究開発の現場試験に協力いただける企業から、現在活魚水槽を保有している寿司店（水槽設備の増設を検討中）、現在は活魚販売を行っていないが今後実施したいと検討している産地直売所やスーパー等の紹介を受け、設置場所、水槽の形状、水槽容量、収容予定魚種と収容量等の検討を行った。どちらの店舗でも、水槽容量は500 L～1,000 L、魚種はある程度限定されるものの数種類の混泳、収容密度としては2%以下であることが想定されたため、今回試験に使用する水槽の容量を500 Lと決定した。

飼育水槽はアクリル製、前面及び側面から自由に収容魚を確認できる構造として金属製の架台の上に設置する。水槽の架台内部には海水浄化ユニットの全てを収納することとした。



図2 設置予定候補店舗の状況

海水浄化ユニットは、簡易な物理濾過槽と今回新規に開発する電解槽を内包した泡沫分離装置、過剰なオキシダントを分解する活性炭槽、水温調節のための温調装置と流量計のみのシンプルなシステムとする。使用する電解槽は、以前実施したアジの活魚輸送試験の際に得られたアジのアンモニア排泄量を参考にし、必要となるオキシダントの生成能力を計算し、陽極と陰極の面積を決定した後、その構造と形状を決定した。陽極にはIr-Ptで修飾したチタン板を、陰極にはPt修飾したチタン板を用いた。

泡沫分離装置は、有機物の除去能力が高く、性能が長期間に渡って安定している（株）プレスカ製のKA式泡沫分離装置を選定し、同装置に前記電解槽を組み込むことで、小容量化と効率化を図った。

活性炭槽にはカートジッリ式の容易に交換できるものとし、容器内に（株）クレハ製の粒状活性炭BACを充填して使用することとした。この活性炭は高価ではあるものの、残留オキシダントの除去能力が高いだけでなく、高強度であるため摩耗や粉砕による微粉の発生が無く、微細粉による水槽の汚れが発生しないという特徴がある。

## 3. 結 言

本研究開発では、実際に現場適用できる展示蓄養水槽を開発することを目的としている。そのため、単なる技術開発ではなく、水槽の見た目や魚の取り出しやすさ、清掃の容易さ等も重要な検討課題となる。また、本展示蓄養水槽を利用した活魚輸送・販売についてもそのビジネスモデルを確立させる必要があり、装置の製作担当企業だけでなく、活魚の輸送販売業者等との連携構築も重要となる。

当開発の初年度となる令和元年度は、装置製作を担当する企業や活魚輸送と販売を行う協力企業との打ち合わせを十分行い、試験場所の選定や製作する試作装置の仕様決定を行った。

来年度、装置製作と所内試験を行って問題点を抽出し、装置の改良を行った後に現場試験へと進む予定としている。

## 参考文献

- [1] 大脇博樹、桑原浩一、山本純弘、横山文彦、秋月俊彦、狩野伸白、長崎県工業技術センター研究報告、44、1-4(2015).

# 乳酸発酵並びに酵素利用技術を用いた機能性食品の開発

食品・環境科 主任研究員 玉屋 圭  
応用技術部 部長 河村 俊哉  
有限会社伊東精麦所 代表取締役 伊東 清一郎

当センターでは、これまでに長崎県特産物から乳酸菌約 600 株を分離してきた。さらに、これら菌株の有する特徴（有用成分生産能、抗菌性など）をもとにしてライブラリー化し、各種の加工食品を開発してきた。一方、当センターでは酵素利用技術を用いて、本県産の農水産物を原料とした調味料及び菓子素材の開発を行った。本研究では、食による疾病予防へのニーズに対応するために、これら両技術を活用し地域資源から機能性成分を産生あるいは抽出することにより、成分を高度に含有する機能性食品の開発を行った。今回は大麦糠を乳酸発酵及び酵素処理に供して得られたエキスについて報告する。

## 1. 緒言

近年、食生活の欧米化とともに、がん、循環器系疾患、肥満、アレルギー性疾患など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。この状況から、食による疾病予防に対するニーズは依然として高く、機能性食品の市場は 6,493 億円（特定保健用食品；2019 年度）と大きな規模を保っている。2015 年 4 月から機能性表示食品制度も開始され、今後の高齢化の進展や医療費の増大を考慮すると、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。また、機能性食品素材には健康機能だけでなく安全性の担保も強く求められる。この観点から、原料産地の明確化は重要であり、県産の地域資源を用いた機能性食品開発はニーズが高いものと考えられる。当センターでは、これまでに長崎県特産物から乳酸菌約 600 株を分離<sup>[1]</sup>してきた。さらに、これら菌株の有する特徴（有用成分生産能、抗菌性、抗酸化性など）をもとにしてライブラリー化し、各種の加工食品を開発してきた。一方、酵素利用技術を用いて、本県産の農水産物を原料とした調味料<sup>[2]</sup>及び菓子素材<sup>[3]</sup>の開発を行って来た。

本研究では、食による疾病予防へのニーズに対応するために、これら両技術を活用し地域資源から機能性成分を産生あるいは抽出することにより、成分を高度に含有する機能性食品の開発を行った。今回は大麦糠を乳酸発酵及び酵素処理に供して得られたエキスについて報告する。

## 2. 実験方法

### 2.1 試供材料

大麦品種は、サチホゴールド（佐賀県産）を用いた。大麦糠の調製は、(有)伊東精麦所に設置されている横型大麦搗精機を用いて行った。

原麦を 1～10 号機まで直列に設置された搗精機に投入し、各機から排出される糠を採取した。

昨年度の検討<sup>[4]</sup>により、高いポリフェノール含量（1,100 mg/100g）を示すことが判明した 3 号機から得られる糠（歩留率 93%）を試料とした。

### 2.2 大麦糠の乳酸発酵物の調製

大麦糠粉末 3 g に、精製水 30 mL を添加した後、オートクレーブ処理（121℃、15 分間）したものに、表 1 で示した各種乳酸菌（No.1～5）の培養液 0.5 mL をそれぞれ添加し、攪拌後 37℃で 48 時間発酵を行った。その後、遠心分離（5,000 rpm、10 分間）して得られた上清を測定試料とした。なお、表 1 の乳酸菌株は県産の加工食品、農産物から取得したものであり、当センターの乳酸菌ライブラリーに保存されている。

表 1 今回の検討に使用した乳酸菌

No.	分離源
1	漬物
2	漬物
3	果物
4	米麴
5	酒粕

## 2.3 大麦糠の酵素処理物の調製

5gの大麦糠に対して、表2に示した市販されている各種酵素を試料の0.3%分添加した。2倍量の水を添加し、攪拌した後に、55℃で3時間反応させた。本酵素反応液を100℃の沸騰水に20分間浸漬し、反応を停止した。さらに遠心分離(5,000rpm、10分間)を行って獲得した上清を測定試料とした。

表2 今回の検討に使用した市販酵素

酵素名	至適pH	起源
プロテアーゼ①	7.0	<i>Aspergillus sp.</i>
プロテアーゼ②	4.5	<i>Aspergillus sp.</i>
プロテアーゼ③	7.0	<i>Aspergillus sp.</i>
プロテアーゼ④	10.0	<i>Bacillus licheniformis</i>
プロテアーゼ⑤	7.0	<i>Aspergillus sp.</i>
グルコアミラーゼ	4.5	<i>Rhizopus sp.</i>
アミラーゼ	6.0	<i>Bacillus sp.</i>
ペクチナーゼ	4.0	<i>Aspergillus sp.</i>
セルラーゼ①	4.0	<i>Trichoderma sp.</i>
セルラーゼ②	4.0	<i>Aspergillus sp.</i>

## 2.4 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リン・デニス法<sup>[5]</sup>により測定した。脱イオン水1.6mLを添加した試験管に、2.2及び2.3で得られた試験液100μLを加え、次いでフォリン・デニス試薬100μL、飽和炭酸ナトリウム溶液200μLを添加して30分間反応を行った。その後、760nmでの吸光度を測定し、乾燥重量100gあたりのクロロゲン酸相当量として算出した。

## 3. 結果

### 3.1 大麦糠の乳酸発酵物

大麦糠に含まれる機能性成分を増加させることを目的として、センターの乳酸菌ライブラリーの菌株を用いて発酵物を調製した。

まず、大麦糠発酵物のpHを表3に示す。比較対象の非発酵物はpHが6.0であったのに対して、どの乳酸発酵物についても低下が確認され、No.1、2、3による発酵物ではpHが3.7まで低下していた。さらに、発酵物の香りを研究担当者で確認したところ、No.4による発酵物が最も強い発酵臭を有していた。この発酵物の香りは分離減の米麴に似たようなものであり、

香りが分離減に由来するものと予想された。その一方、大きなpH変化を見せたNo.1、2、3の発酵物は強い香りを示さなかったことから、pH変化と発酵臭との間に関連は認められなかった。

表3 大麦の乳酸発酵物のpH変化と香りの強さ

No.	pH	強さ (3段階評価)
比較対象 (非発酵物)	6.0	-
1	3.7	2
2	3.7	2
3	3.7	1
4	5.2	3
5	4.8	2

次に、発酵物中の総ポリフェノール量を表4に示す。比較対象のポリフェノール量は19mg/100mLであったのに対して、各乳酸菌株による発酵物中の含量はどれも高まっており、No.5は非発酵物のほぼ2倍まで増加していた。

表4 大麦乳酸発酵物の総ポリフェノール量

No.	総ポリフェノール量 (mg/100mL)
比較対象 (非発酵物)	19
1	27
2	24
3	31
4	26
5	36

さらに、発酵物中のγ-アミノ酪酸(GABA)量をWaters AccQ-Tag法を用いて測定した結果を表5に示した。非発酵物のGABA量は0.3mg/100mLであったのに対して、各乳酸菌株による発酵物中の含量は3倍以上増加していた。特に、No.5で最も高い含量(1.5mg/100mL)を有し、非発酵物の5倍まで達していた。上述の総ポリフェノール量の結果を合わせて考えると、No.5の菌株は大麦中の有用成分を効果的に増加させる可能性を示していた。

### 3.2 大麦糠の酵素処理物

次いで、大麦糠からのエキス抽出を目的として、酵

表5 大麦乳酸発酵物のγ-アミノ酪酸量

No.	γ-アミノ酪酸量 (mg/100mL)
比較対象 (非発酵物)	0.3
1	1.1
2	1.1
3	1.1
4	1.1
5	1.5

素処理技術の適用を検討した。酵素処理により得られた上清を大麦糠の抽出エキスと考え、エキスの生成率を算出(表6)した。

生成率は、以下の式により算出した。

$$\text{エキス生成率(\%)} = \frac{\text{エキス乾燥重量}}{\text{大麦糠重量}} \times 100$$

比較対象であるエタノール抽出液は15%の生成率を示したのに対して、酵素処理物はいずれも高い生成率を有していた。特に、プロテアーゼ①、④、グルコアミラーゼ、セルラーゼ①、②が23%以上の高い生成率を示した。

表6 各種酵素で得られる大麦糠からのエキス獲得

酵素名	エキス生成率(%)
比較対象 (60%エタノール抽出)	15
プロテアーゼ①	23
プロテアーゼ②	20
プロテアーゼ③	20
プロテアーゼ④	25
プロテアーゼ⑤	20
グルコアミラーゼ	23
アミラーゼ	20
ペクチナーゼ	20
セルラーゼ①	25
セルラーゼ②	23

さらに、酵素抽出エキスに含まれる総ポリフェノール量の測定を行った。その結果、コントロールである60%エタノール抽出液が960 mg/100gと最も高い数値を有していた。それに対して、酵素抽出によるエキスの含有量(270 mg/100g ~ 730 mg/100g)はエタノール抽出よりも低いものであった。

その中でも、プロテアーゼ⑤により得られたエキスが730 mg/100gと優れた値を示していた。

60%エタノール抽出液は、ポリフェノール成分が主に抽出されたものであることから、エキス生成率は低いのに対してポリフェノール含量は高い数値として得られたと考えられた。その一方で、酵素処理物についてはポリフェノール以外の他成分も同時に抽出されたことにより、エキスの生成率は高いにもかかわらず、ポリフェノール含量は低い数値にとどまったと考察された。

一般的に、ポリフェノールを抽出するためにエタノール、メタノール、アセトン、DMSOなどの有機溶媒が使用される。これら溶媒を含水の状態で用いるとポリフェノールを対象食品から効率的に抽出<sup>[6]</sup>することができる。しかしながら、食品などの製造現場において、有機溶媒を用いることはコスト面、防爆などの安全対策設備などで大きな負担を要する。本研究では、有機溶媒に代わる方法として酵素処理法を検討し、大麦糠からのエキス獲得を試みた。エキス生成率及びポリフェノール量を測定した結果、大麦糠からポリフェノールを抽出するには、市販酵素ではプロテアーゼ⑤が最適であると考えられた。

表7 各種酵素で得られる大麦糠からのエキスに含まれるポリフェノール量

酵素名	総ポリフェノール量 (mg/100g)
比較対象 (60%エタノール抽出)	960
プロテアーゼ①	380
プロテアーゼ②	330
プロテアーゼ③	390
プロテアーゼ④	400
プロテアーゼ⑤	730
グルコアミラーゼ	380
アミラーゼ	350
ペクチナーゼ	270
セルラーゼ①	460
セルラーゼ②	400

ここでは省略するが、選抜したプロテアーゼ⑤の反応条件(酵素濃度、反応時間など)を検討し、最適なものを決定した。さらに本条件を用いて、有限会社伊東精麦所と連携し、酵素分解エキスのスケールアップ

ブ製造試験を実施した。

本試験により得られたエキス粉末に含まれる機能性成分を測定した結果が以下の表 8 である。

表 8 プロテアーゼ⑤を用いて得られたエキス粉末に含まれる成分

	濃度 (mg/100g)
総ポリフェノール量	1,200
全フェルラ酸	30
フラバノール	140

反応条件を最適なものにより、エキス粉末中のポリフェノール量は、表 7 で示した 60 % エタノール抽出液の数値 (960 mg/100g) よりも上回っていた。また、抗酸化作用などを有するフェルラ酸、機能性成分であるカテキンやプロアントシアニジンを含むフラバノールも多く含んでいることも確認することができた。

以上の検討結果を活用し、伊東精麦所から商品名「大麦ポリフェノール」で製品化がなされた (図 1)。



図 1 大麦糠酵素分解エキス粉末の製品化

#### 4. 結 言

本研究では、まず大麦糠に含まれる機能性成分を増加させることを目的として、センターの乳酸菌ライブラリーの菌株を用いて発酵物を調製した。比較対象の非発酵物は pH が 6.0 であったのに対して、どの乳酸

発酵物についても低下が確認され、pH が 4.0 以下まで低下したのも見受けられた。さらに、発酵物の香りを確認したが、pH 変化と発酵臭との間に関連は認められなかった。

次に、発酵物中の総ポリフェノール量を測定した。非発酵物のポリフェノール量は 19 mg/100mL であったのに対して、各乳酸菌株による発酵物中の含量はどれも高まっており、特に No.5 の発酵物は非発酵物のほぼ 2 倍まで増加していた。

さらに、発酵物中の GABA 量を測定した。非発酵物の GABA 量は 0.3 mg/100mL であったのに対して、各乳酸菌株による発酵物中の含量は 3 倍以上に増加していた。特に、No.5 で最も高い含量 (1.5 mg/100mL) を有し、非発酵物の 5 倍まで達していた。本検討により、No.5 の菌株は大麦中の有用成分を効果的に増加させることを示唆していた。今後、機能性成分をより効果的に増加させる発酵条件を検討する予定である。

次いで、大麦糠からのエキス抽出を目的として、酵素処理技術の適用を検討した。酵素処理物は、比較対照であるエタノール抽出液より高い生成率を示した。中でもプロテアーゼ系、セルラーゼ系の分解酵素が 23% 以上の高い生成率を示した。さらに、酵素抽出エキスに含まれる総ポリフェノール量の測定を行ったところ、酵素処理エキスの含有量 (270 mg/100g ~ 730 mg/100g) は比較対照のエタノール抽出 (960 mg/100g) よりも低いものであった。その中でも、プロテアーゼ⑤により得られたエキスが 730 mg/100mL と優れた値を示していた。

次に、プロテアーゼ⑤の反応条件 (酵素濃度、反応時間など) を検討し、最適なものを決定した。この条件を用いて、有限会社伊東精麦所と共同で、酵素分解エキスの製造試験を実施した。反応条件を最適なものにより、エキス粉末中のポリフェノール量は 1,200 mg/100g となり、選抜試験での数値 (730 mg/100g) よりも大幅に改善し、さらにエタノール抽出液の数値 (960 mg/100g) より高い数値となった。また、抗酸化作用などを有するフェルラ酸、カテキン、プロアントシアニジンなどの成分も多く含んでいることも確認した。以上の検討結果を活用し、伊東精麦所から商品名「大麦ポリフェノール」で製品化がなされた。

#### 参考文献

[1] 河村俊哉、晦日房和、玉屋 圭、松本周三：長崎

県工業技術センター報告、41、1-5 (2011).

- [2] 玉屋 圭:長崎県工業技術センター報告、43、50-52 (2013).
- [3] 小笠原耕太郎、玉屋 圭:長崎県工業技術センター報告、46、16-22 (2016).
- [4] 玉屋 圭、河村俊哉、伊東清一郎:長崎県工業技術センター報告、48、41-45 (2018).
- [5] 津志田藤二郎:食品機能研究法、318-322、光琳 (2002).
- [6] 鈴木 誠、渡辺敏郎、三浦麻子、原島恵子、中川靖枝、辻啓介:日本食品科学工学会、49、507-511 (2002).

# 微細気泡を活用した浄化・洗浄システムに関する研究

食品・環境科 主任研究員 三木伸一

ナノメートルからマイクロメートルサイズの微細な泡は、ファインバブルと呼ばれ、従来の泡の概念を変える吸着、溶解、分解、生理活性など様々な効果があることから、応用分野の広がり大きいプロセス技術として期待されている。一方、非常にサイズが小さいため、水中の含有量の計測が難しく、メカニズムの解明も十分とはいえない。本研究では、主に浄化・洗浄に関して、ガスの種類、流量、温度、液性などの影響に関するデータを蓄積し、何に、どの程度効果があるかをより実践的な観点から明らかにすることを目的とする。初年度は、微細気泡についての性状を調べるとともに、いくつかのモデル汚れに関しどの程度洗浄性があるのかを試験した。

## 1. 緒言

気泡の産業利用は古くから行われている。たとえば、工業現場における部品洗浄としての利用や、水産現場におけるカキの養殖などへの活用などがある。気泡の活用が進むなか、気泡を微細化する取組も盛んにおこなわれるようになった。気泡の微細化により、気体の溶解力を向上し、気泡の浮遊時間を長くできる。数マイクロメートル程度まで気泡サイズを小さくすると、肉眼では泡と認識できず白濁した溶液にみえ、浮遊速度は1分間で数ミリメートルと非常に遅い。水との接触面積、接触時間が増えることから、水により溶解しやすくなる。西暦2000年以降、さらに小さな数百ナノメートルサイズの気泡の存在が知られるようになった。この数百ナノメートルの気泡は、可視光の回折限界をこえており、目視では透明に見え、また、浮力が無視できるため、水中でブラウン運動により振動する。従来の光を用いた計測方法では、コンタミネーションとの区別が難しく、その真偽が議論されてきたが、計測器の進歩にともない、その存在が証明されている。今日では、ISOの国際規格化が進み、泡のサイズ等によって名称が明確に定義されている(表1)。

この非常に微細な気泡は、従来の気泡にはない様々な特徴を持っている。とりわけ、泡のサイズが数十ナノメートルから1マイクロメートルのウルトラファインバブルは、大きな刺激がなければ、数か月にわたって安定であることが知られており<sup>[1]</sup>、これまでの泡のイメージとは全く異なった様相を示す。また、ラジカルの発生や内部圧力の急速な増大などの化学的及び物理的な作用は、排水処理や殺菌など幅広い応用が期待されている<sup>[2]</sup>。しかしながら、ファインバブルは比較的新しい技術であり、その作用機序や適用範囲に

ついては十分議論されているとはいえない。本研究では、浄化、洗浄を主として、微細な気泡がどのような効果や現象を持っているのかを実験的に調べていく。

表1 気泡の名称と分類

名称	ファインバブル		ミリバブル / サブミリバブル
	ウルトラファインバブル	マイクロバブル	
直径	数10nm ~ 1μm	1μm ~ 100μm	100μm~
溶液外観	透明	白濁	泡状
性状	ブラウン運動 数週間~数か月 残存	ゆっくり上昇 水中消滅	速く上昇 水面破裂

### 従来の気体の概念をこえた作用・効果

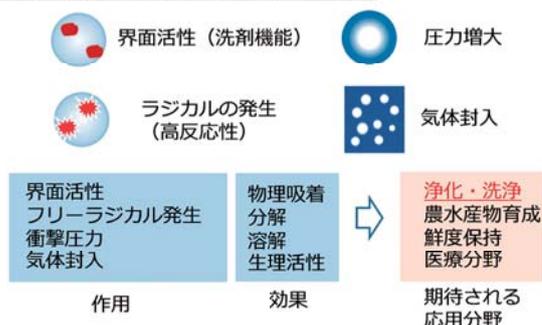


図1 ウルトラファインバブルの性質

## 2. 実験

### 2.1 ウルトラファインバブル水の生成

実験に用いる個数密度が高いウルトラファインバブル水は容易には生成できないため、久留米工業大学において生成いただいた。気体としては空気を用いた。生成したウルトラファインバブル水の気泡サイズ、個

数密度は Malvern Panalytical 製 ナノ粒子解析システム NanoSight. を用いて計測し、取水後、ブチルゴムパッキンを付けたガラス瓶で保管した。

## 2. 2 洗浄試験

生成したウルトラファインバブル水を用いて洗浄試験を行った。試験片として一般財団法人洗濯科学協会の標準汚染布及びグリースを塗布したガラス片を用いた。洗浄性の評価は、(株)島津製作所製分光光度計 UV 6400 を用いて評価した。

## 3. 結果

生成した空気のウルトラファインバブル水では、1 mL あたり 10 億個の気泡の発生が確認でき、また粒径のピーク値はおよそ 110 nm であった。一般的にウルトラファインバブルの粒径は 100 nm 程度、個数密度は数億個 /ml 程度であり、十分な量と質のウルトラファインバブルの生成が確認できた。また、生成したウルトラファインバブル水の ESR 測定や電気電導度等についてのデータ取得も行っている。

次に、ウルトラファインバブル水を用いた洗浄効果の検証をおこなった。初めに、標準汚染布を用いた試験を行った。標準汚染布は有機汚れ、無機汚れ、粒子汚れなど複数の汚れが混在しており、汚れを総合的に評価するのに適している。ウルトラファインバブル水及びブランク水を用いて汚染布を 10 分間攪拌洗浄したのち、汚染布を取り出し、自然乾燥させた。乾燥後の汚染布の反射率（洗浄性）は、わずかに違いがみられた（図 2）。しかしながら、この反射率差は小さく、一定の洗浄効果はあるものの、攪拌だけの現条件では洗浄性が十分とはいえない。複雑な汚れの除去については検討すべき実験項目も多く、今後の課題としたい。

次に、超音波を用いた平滑面の汚れの洗浄試験を行った。汚れは有機物に限定し、ガラス板にグリースを塗布した試験片を用いて洗浄性の評価をおこなった。同一洗浄時間における洗浄後のウルトラファインバブル水とブランク水の写真を図 3 に示す。洗浄後のウルトラファインバブル水はブランク水より明らかに濁っており、平滑面に付着した有機成分の除去にウルトラファインバブル水は有効であることがわかる。このとき、有機物の超音波洗浄に伴い、洗浄溶液は徐々にエマルジョン化（白濁化）するが、ウルトラファインバブル水は超音波照射後すぐに白く濁った。また、植物性油にウルトラファインバブル水を一定の割合入れ混

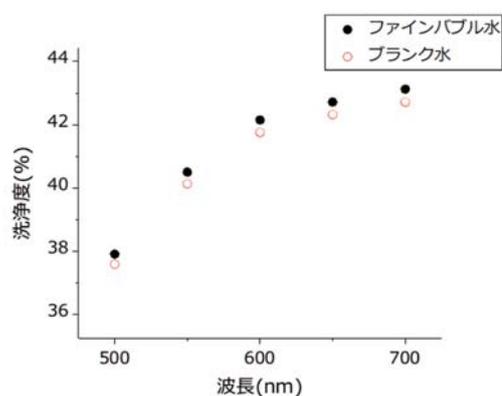


図 2 汚染布の洗浄度



図 3 洗浄後の溶液写真

(A) ウルトラファインバブル水 (B) ブランク水

合させると、ウルトラファインバブル水はその白濁の状態を長く維持した。同様の試験を純水で 1/10 程度に希釈したウルトラファインバブル水についても行ったが、明らかにエマルジョン化しにくかった。ファインバブル水の疎水的な機能はよく知られているが、このような濃度依存は、ファインバブル水の濃度の簡易確認に使用できることも示唆している。

## 4. 結言

本研究において、高濃度なウルトラファインバブル水の生成及びその物性の評価、洗浄性の検討を行った。条件によって洗浄の効果が異なっており、実用的には、種々の条件下において詳細なデータの蓄積していく必要がある。今後も大学等と協力しながら研究を進めていく。

## 参考文献

- [1] 寺坂宏一、氷室昭三、安藤景太、秦隆志；ファインバブル入門、p.34、日刊工業新聞社 (2016)。
- [2] 高橋正好：微細気泡の最新技術 - 進展するマイクロ・ナノバブルの基礎研究と広がる産業応用 Vol.2、pp.273-288、エヌ・ティー・エス (2014)。

# 五島の微生物を活用した加工食品の開発

食品・環境科 主任研究員 横山 智 栄  
食品・環境科 研 究 員 井 内 智 美  
長崎県立大学 看護栄養学部 准 教 授 松 澤 哲 宏

麹菌はデンプンやタンパク質を分解する酵素を分泌することから、甘酒、日本酒、味噌、醤油など日本人の食生活に欠かせない発酵食品の製造に利用されてきた。本研究では、酵母や乳酸菌同様、麹菌についても地域独自の麹菌の開発を行い、発酵食品の差別化を図る目的で、長崎県五島市の自然環境から麹菌となり得る株を分離し、発酵食品の製造に有用な地域独自の麹菌の開発を試みた。自然界より胞子が緑色を呈する麹菌を分離し、同定およびアフラトキシン生合成遺伝子解析を行った。米麹を作製し酵素力価を測定したところ糖化力の高い株も存在した。

## 1. 緒 言

麹菌はデンプンやタンパク質を分解する酵素を分泌することから、甘酒、日本酒、味噌、醤油などの発酵食品の製造に利用されてきた。麹は主に蒸した米や麦、大豆などの穀類に麹菌を加えて繁殖させたものである。麹菌によって酵素が分泌された麹は、発酵食品における酵素の供給源として重要であり、各発酵食品の品質に大きな影響を及ぼす。

麹菌は市販の種麹を使用して発酵食品を製造しているところが多い。一方、多くの地域では自然環境から分離された酵母や乳酸菌が地域独自の有用微生物として、地域の活性化に用いられている。そこで、麹菌についても自然環境から分離することで、地域の活性化に資することができると考え、本研究では、長崎県五島市の自然環境から麹菌候補株を分離し、発酵食品の製造に有用な地域独自の麹菌の開発を試みた。

## 2. 実験方法

### 2.1 野生麹菌の分離方法

#### (1) 培地調製法

分離用培地には $\alpha$ 米培地( $\alpha$ 米：徳島製麹株式会社製 AA-60) およびポテトデキストロース寒天培地(日水製薬株式会社製)を用いた。 $\alpha$ 米の殺菌方法については、50 mL PP 製遠沈管に $\alpha$ 米 15 g を入れ、オートクレーブ(121°C、15分)した。

#### (2) 分離用試料と添加方法

分離用試料として、長崎県五島市の福江島野外から採取した試料を用いた。採取試料は分離時まで6°Cで保存した。培地への試料の添加方法としては、滅菌済

$\alpha$ 米を $\phi$ 90 mm PS 製シャーレに全量移し滅菌水 5 mL 添加後、分離用試料と混ぜ合わせた。培地に添加後の試料は分生子が目視で観察されるまで6日から10日間25°Cで培養した。

#### (3) 菌株の分離方法

実体顕微鏡(株式会社島津理化製 VCT-VBIT)で観察し、分生子の色調や形態から麹菌と推定される菌株をさらにポテトデキストロース寒天培地で培養した。

### 2.2 分離株の同定およびアフラトキシン生合成遺伝子解析

分離株について、 $\beta$ -tubulin 遺伝子の塩基配列を決定し分子系統解析を用いて菌種同定を行った。分子系統形跡の結果、麹菌として有用と考えられる菌種についてカビ毒であるアフラトキシンの生合成に関する遺伝子のうち、*afIT*, *nor-1*, *afIR* の3遺伝子の有無をPCR法によって確認し、これらの遺伝子を有していないアフラトキシン非産生株の選出を行った。

分離株の同定およびアフラトキシン生合成遺伝子解析は長崎県立大学に依頼した。

### 2.3 米麹の製造方法および酵素活性の測定方法

#### (1) 使用菌株

野外からの分離株6株と対照株として市販の種麹2株(株式会社秋田今野商店製 白麹雪こまち、株式会社菱六製 長白菌)を使用した。

#### (2) 製麹方法

##### ① 培地調製法

製麹に使用する胞子懸濁液作製のための麹菌株候補

の培養には蒸米培地（米：市販の食用米（長崎県産）を用いた。製麴には $\alpha$ 米培地（ $\alpha$ 米は2.1（1）と同じもの）を使用した。

### ②孢子懸濁液作製法

孢子懸濁液作製のための麴菌株候補の培養は以下の方法で行った。すなわち、50 mL PP 製遠沈管に食用米 10 g と純水 2 mL を入れオートクレーブ（121°C、15 分）したもの、麴菌株候補を植菌し、25 °C で 13 日間培養した。培養後、生理食塩水を 15 mL 加え攪拌し脱脂綿を詰めた滅菌済 5 mL PP 製シリンジに入れろ過した。適宜希釈したろ液をトーマの血球計算盤により検鏡して孢子密度を測定後、生理食塩水で適宜希釈し孢子密度が $2 \times 10^6$  孢子/mL 孢子懸濁液を得た。市販の種麴は 0.5 g を 15 mL PP 製遠沈管に入れ、生理食塩水 8 mL を加えた。以降は前述と同様に孢子密度が $2 \times 10^6$  孢子/mL となるように希釈した。

### ③製麴方法

製麴はシャーレ製麴法<sup>[1]</sup>に準じて行った。 $\phi$  90 mm PS 製シャーレに $\alpha$ 米 15 g を入れオートクレーブ（121°C、15 分）した。次いで、孢子懸濁液（ $2 \times 10^6$  孢子/mL）7.5 mL を $\alpha$ 米に加え、培養温度 35°C、相対湿度 95% で 63 時間培養した。米麴は 40°C で 3 時間、60°C で 21 時間乾燥させ、酵素力価測定時まで $-20^\circ\text{C}$  で冷凍保存した。

### ④酵素活性の測定

前項で得られた米麴について酵素力価測定を行った。 $\alpha$ -アミラーゼおよびグルコアミラーゼの酵素活性はキッコーマンバイオケミファ株式会社製の糖化力分別定量キットを用いた。

## 3. 実験結果

### 3.1 分離菌株の同定

福江島の自然環境から採取した 28 の分離源から 52 株分離した。このうち 30 株について $\beta$ -tubulin 遺伝子の塩基配列を決定し分子系統解析を用いて菌種同定を行った。その結果、29 株で遺伝子の塩基配列を決定することが可能であった。分子系統解析の結果、*Aspergillus flavus* (25 株)、*Aspergillus nomius* (2 株)、*Aspergillus thomii* (1 株)、*Aspergillus tamarii* (1 株) と同定された。

### 3.2 アフラトキシン生合成遺伝子解析

同定された 29 株についてアフラトキシンの生合成遺伝子 *affT*, *nor-1*, *afIR* の 3 遺伝子の有無を PCR 法

によって確認した。その結果、3 遺伝子とも検出されなかった株は *Aspergillus flavus* (5 株)、*Aspergillus nomius* (1 株)、*Aspergillus thomii* (1 株)、*Aspergillus tamarii* (1 株) であり、29 株中 8 株認められた。これらの株はアフラトキシン産生遺伝子が欠損しており、高い安全性を有する株である可能性が大きいことから、麴菌株候補になり得ると考えられた。

### 3.3 分離株の酵素活性

安全性が高いと考えられる株のうち、これまで麴菌としての育種された報告のない *A. thomii* と今回の解析ではアフラトキシン産生 3 遺伝子が欠損していたが、アフラトキシン産生菌として報告されている<sup>[2]</sup> *A. nomius* は今回の麴菌株候補から除外し、6 株の酵素活性を測定した（表 1）。その結果、分離菌株 6 の糖化力は対照株より約 2 倍以上高かった。

表 1 酵素力価測定結果

	グルコアミラーゼ (U/g dry-koji)	$\alpha$ -アミラーゼ (U/g dry-koji)	水分 (%)
分離菌株 1	24.1	29.6	32.7
分離菌株 2	36.8	29.5	32.5
分離菌株 3	11.4	25.6	34.5
分離菌株 4	13.8	18.9	35.0
分離菌株 5	8.9	23.0	36.4
分離菌株 6	156.5	34.3	35.4
白麴雪こまち	83.0	236.6	31.8
長白菌	42.0	100.9	34.6

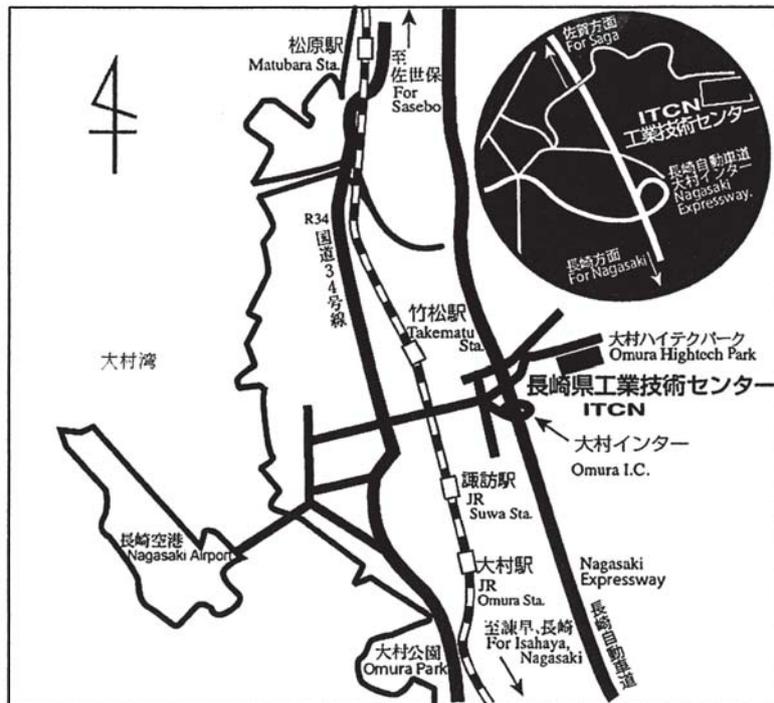
## 4. 結 言

自然界より分離した株についてプロテアーゼ活性についても測定し、麴菌としてより有用な株の選定を行っていく必要がある。また、麴におけるアフラトキシン非生産性についても確認する必要がある。

## 参考文献

- [1] 岡崎直人：日本醸造協会誌、74 (11)、738-739 (1979)。
- [2] Kurtzman CP, Horn BW, Hesseltine CW *Aspergillus nomius*, a new aflatoxin-producing species related to *Aspergillus flavus* and *Aspergillus tamarii*. *Antonie van Leeuwenhoek*. 53 (3):147-158 (1987)。

## 位置図



- 大村駅から車で10分
- 長崎空港から車で15分
- 大村ICから車で5分

発行日：令和2年7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 <https://www.pref.nagasaki.jp/section/kogyo-c/>

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。