

令和4年度

高知県工業技術センター報告

THE REPORT ON WORKS OF
KOCHI PREFECTURAL INDUSTRIAL TECHNOLOGY CENTER

No. 54 (2023)

令和5年11月

高知県工業技術センター

目 次

I 令和4年度高知県工業技術センター研究報告

1. 食品開発課

シソ及び加工品中のアントシアニン色素の解析	1
市販酒分析結果への探索的データ解析手法の適用	10
日本酒の評価データにおける評価傾向の可視化の一例	19
酒造好適米「土佐麗」の品種特性	28

2. 生産技術課

AI技術の自動運転台車への適用（第1報）	29
軽作業用協働ロボットの開発	33
工作機械の稼働状況をモニタリングするシステムの試作開発（第2報）	37

3. 資源環境課

におい分析のためのGC/MSの活用	41
減圧加熱技術を用いた深層水塩の粒径制御及び成分調整技術の開発	54
バイオマス燃焼灰中の結晶質シリカ調査	56
バイオマス素材とポリプロピレンとの複合材料の開発（第1報）	60

Ⅱ 令和4年度高知県工業技術センター業務年報

1. 総 説

1-1 沿 革	68
1-2 土地及び建物	69
1-3 組織と分掌	69
1-4 職員名簿	70
1-5 決算状況	71

2. 業務・事業の状況

3. 誌上・学会等発表

3-1 研究成果報告会	77
3-2 論文発表	77
3-3 学会発表（ポスター発表含む）	77

4. 技術サービス

4-1 依頼試験、機器使用	78
4-2 審査員派遣	78
4-3 技能検定	80
4-4 技術指導アドバイザー派遣	81

5. 人材養成・技術研修

5-1 人材養成研修、技術講習会	82
5-2 講師派遣	84
5-3 研修生の受入	85

6. 産業財産権

7. 参考資料

7-1 主要設備	88
7-2 補助事業等	90
7-3 人事異動	91

I 令和4年度高知県工業技術センター研究報告

食品開発課

シソ及び加工品中のアントシアニン色素の解析

森山 洋憲 下藤 悟 田中 裕子*

Analysis of Anthocyanin Pigments in *Perilla frutescens* var. *acuta* and Its Processed Product

Hironori MORIYAMA Satoru SHIMOFUJI Yuko TANAKA*

赤シソ及び加工品に含まれているアントシアニン色素を解析し、その変化について調べた。質量分析の手法で色素の解析を行った結果、赤シソ及び加工品から七つの同じアントシアニンをそれぞれ検出した。赤シソと加工品のアントシアニン組成比を観察したところ、両者は異なる傾向にあり、その傾向がアントシアニンの構造に関連することが示唆された。一方で加工品の保存試験を行ったところ、アントシアニンの構造が加熱に対する安定性に影響する可能性も示唆された。

1 目的

シソ (*Perilla frutescens* var. *acuta*) は青シソと赤シソに大別される¹⁾。青シソは大葉と呼ばれ、香りが高く、寿司、刺身、天ぷら、薬味などに用いられる。赤シソは特徴的な赤い色素を含んでおり、梅干しの加工やふりかけに用いられている。またソヨウ、あるいはシソヨウという名称で日本薬局方にも登録されており、鎮咳去痰薬や風邪薬とみなされる漢方処方などに配剤される²⁾。

赤シソに含まれている特徴的な赤い色素はアントシアニンである。Yoshida らは赤シソ色素から四つのアントシアニンを同定し、これら化合物の照射による異性化を報告した³⁾。Yan-kang らは高速液体クロマトグラフィー飛行時間型質量分析装置(LC-MS 装置)を用いて赤シソ色素から七つのアントシアニンを検出し、この色素の有する抗ガン性について検討している⁴⁾。津久井らは赤シソ色素を抽出し、加熱や紫外線照射に対する色素の安定性を報告している⁵⁾。品川らはしば漬けのアントシアニンを解析し、熟成期間中の変化を報告した⁶⁾。

高知県内では青シソの方がハウス栽培で周年生産されており、主要な品目のひとつである。赤シソの方はマイナー品目ではあるものの、一部地域でジュースやシロップといった特産加工品の開発に利用されている。こうした加工品は赤シソの色素が特徴的であるがゆえに、その退色が賞味期限の設定に影響する。賞味期限を長期化するためには、赤シソ加工品に含まれている色素成分組成や、それら成分組成が加工や保存中にどの程度の変化をするのかについて調べる必要がある。そこで本研究では、赤シソ加工品の賞味期限の設定に

役立つ基礎的知見を得ることを目的として、赤シソ及び加工品に含まれているアントシアニン色素の解析及びその変化について調べることにした。

2 方法

2.1 試料

高知県内で栽培されている赤シソの生鮮物入手し、シソ色素の粗精製用の試料として用いた。試料は入手後、直ちに冷凍庫で保管し、凍結乾燥を行う直前まで冷凍保存した。

上述の生鮮物と同じ栽培地で収穫した赤シソを原料とするシロップを入手し、シソ加工品試料として供試した。適宜希釈後、ポアサイズ0.2 μ mのフィルターに通過させた後、LC-MS 装置に注入した。

2.2 粗色素の調製

凍結乾燥装置(共和真空技術製(株)RLE II-103)を用いてシソを乾燥させた。既報^{7,8)}を参考にして、この乾燥品から粗色素の抽出及び粗精製を行った。抽出及び粗精製の手順は次の通りである。5gの乾燥試料を400mLの10%ギ酸メタノールに浸漬し、一晚放置した。浸漬した試料からろ紙ろ過によってろ液を得た。残さについては200mLの10%ギ酸メタノールで繰り返し2回抽出し、同様の操作でろ液を得た。3回分のろ液を合一し、乾固させた後、10%ギ酸メタノール100mLに溶解した。この溶液を純水で2倍に希釈後、合成吸着剤アンバーライト XADHP(オルガノ(株)製)にアプライし、色素を吸着させた。色素を5%ギ酸で洗浄、続いて5%ギ酸メタノールで溶出後、乾固させることによって粗色素を得た。粗色素はギ酸メタノールに溶解後、ポアサイズ0.2 μ mのフィルターに通過させた後、LC-MS 装置に注入した。

* (合)タナカフェ

2. 3 LC-MS 解析

フォトダイオードアレイ (PDA) 検出器と四重極飛行時間型の質量分析計 (MS) とを備えた LC-MS 装置を用いて色素の解析を行った。LC-MS 装置による分析は既報⁹⁾を参考にして、次の条件で行った。

2. 3. 1 LC 部条件

装置 : SCIEX ExionLC AC ((株) エービー・サイエックス)、カラム : SUPELCO Discovery HS C18 (φ 2.00mm×150 mm, 3μm)、溶媒 A : 5%ギ酸 (v/v)、溶媒 B : 5%ギ酸 (v/v) を含むアセトニトリル、グラジエント条件 : 0 分 (5%B) → 5 分 (35%B) → 25 分 (95%B) → 35 分 (95%B)、流速 : 毎分 0.2 mL、PDA 検出波長 : 200~700nm、カラム温度 : 40°C、注入量 : 2μL

2. 3. 2 MS 部条件

装置 : SCIEX X500R ((株) エービー・サイエックス)、イオン化法 : ESI positive、測定モード : IDA、イオンスプレー電圧 : 5500V、イオンソース温度 : 550°C、コーン電圧 : 80V、カーテンガス : 30psi、イオンソースガス 1 と 2 : 60psi、コリジョンガス : 7psi、スキャン範囲 : m/z 100-1000

2. 3. 3 データ解析

LC-MS 装置で得られたデータの解析は、装置に付属する SCIEX OS ソフトウェア ver. 2.0 ((株) エービー・サイエックス) 及び MarkerView ソフトウェア ver. 1.3 ((株) エービー・サイエックス) で行った。

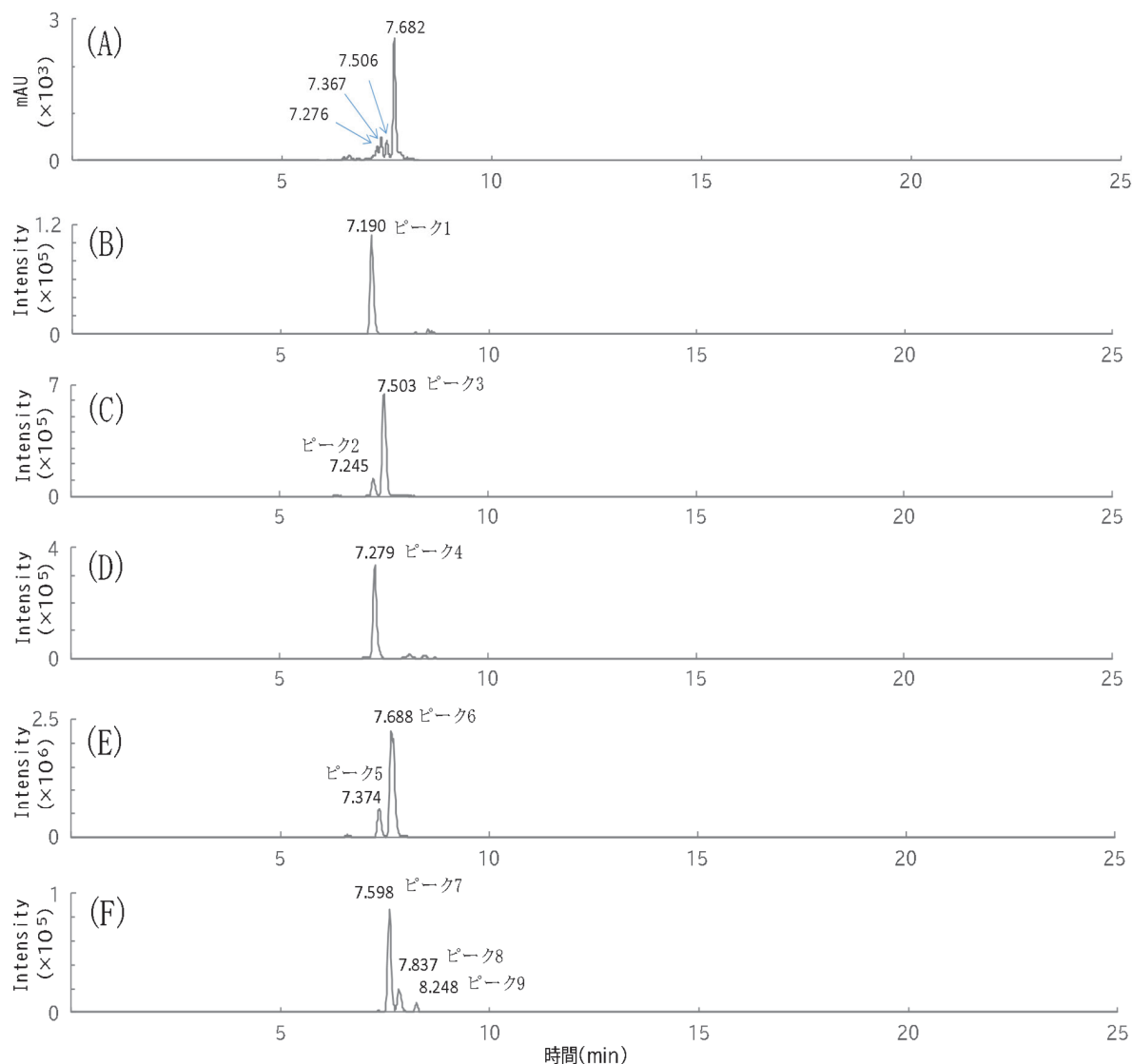


図1 シソ粗色素のPDAクロマトグラム及び抽出イオンクロマトグラム

PDA クロマトグラム : (A) 波長 525nm、抽出イオンクロマトグラム : (B) m/z 773、(C) m/z 757、
(D) m/z 859、(E) m/z 843、(F) m/z 787

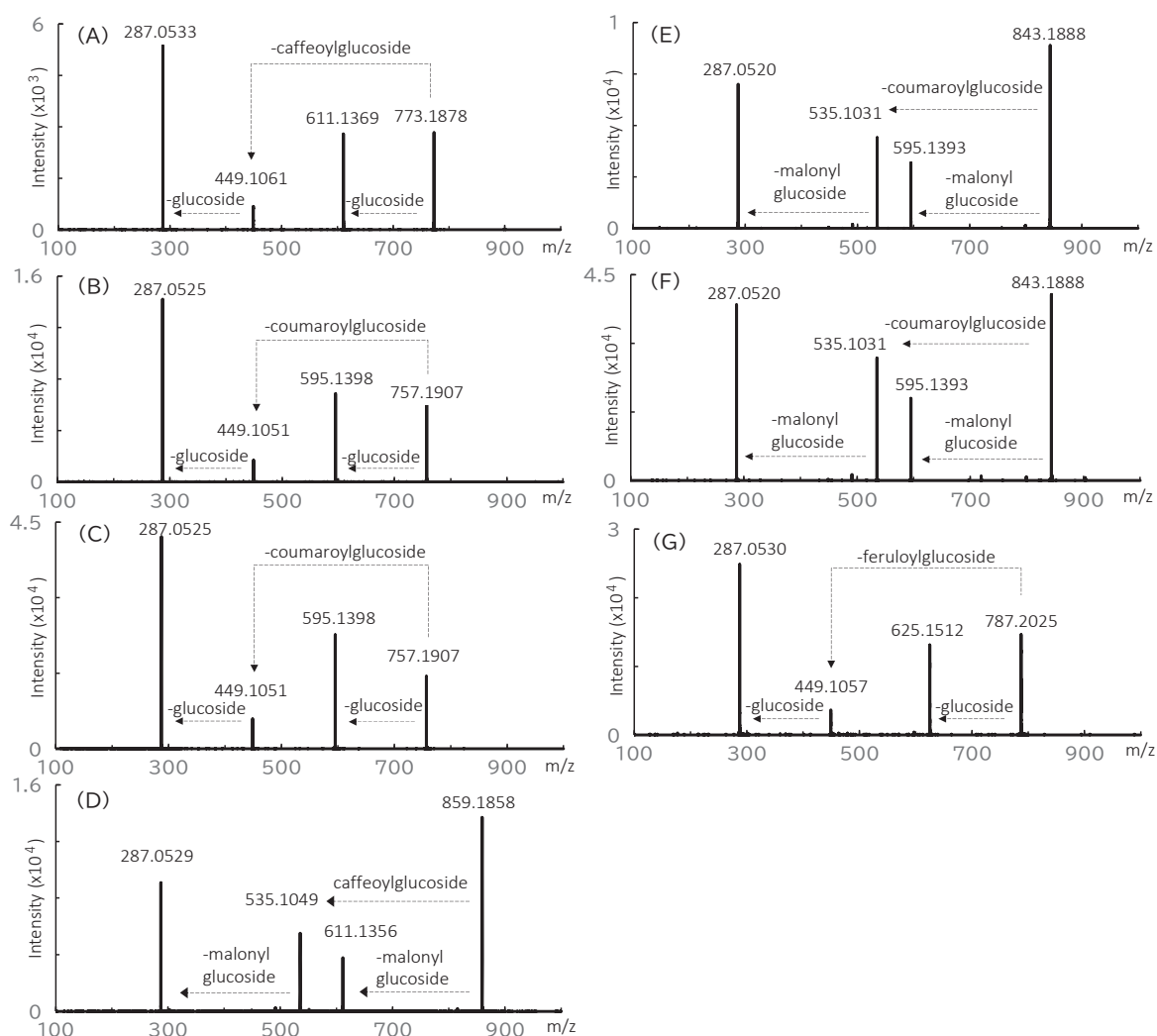


図2 シソ粗色素のMS/MS スペクトル

(A) ピーク1、(B) ピーク2、(C) ピーク3、(D) ピーク4、(E) ピーク5、(F) ピーク6、(G) ピーク7

2. 4 保存試験及び液色測定

10℃、24℃、36℃、55℃に設定した各インキュベーター内にシソ加工品をそれぞれ静置し、35日間保存した。保存前の試料は対照とした。

対照及び四つの温度試験区の各試料の液色測定には、ビジュアルアナライザー（アルファモス製）を用いた。5mLの試料をディスポシャーレ（φ35×10mm）に採取し、装置の測定チャンバー内に置いた。上下の照明を点灯した条件下で試料を撮影し、画像解析によって平均化された液色値（L*a*b*表色系）を得た。

3 結果及び考察

3. 1 粗色素のアントシアニン解析

試料198gを凍結乾燥処理したところ、29.9gの乾燥試料を得た。本実験に用いた赤シソ生鮮物の水分は84.9%、固形分は15.1%であった。このうち5.0g

の乾燥試料を採取し、色素の抽出を行った。その結果、700mgの粗色素を得ることができた。この粗色素を用いて、シソに含まれているアントシアニン色素の解析を進めた。

粗色素のギ酸メタノール溶液をLC-MS装置に注入し、PDA検出器とMSとを用いて分析した。検出波長525nmで抽出したPDAクロマトグラムと、5種類の抽出イオンクロマトグラムとを図1に示す。PDAクロマトグラムを見ると、保持時間7分から8分の間にピークが集中して出現していることが分かった。この保持時間付近において、アントシアニン類の検出が予想される。続いて5種類のm/zによる抽出イオンクロマトグラムを観察した。m/z=773のクロマトグラム上では保持時間7.19分にピーク（ピーク1）を確認した。m/z=757については保持時間7.245分（ピーク2）と7.503分（ピーク3）、m/z=859については保持時間7.279分（ピーク4）、m/z=843に

表1 シソ粗色素のアントシアニン

ピーク No.	保持時間 (min)	測定値 (m/z)	理論値 (m/z)	分子式	化合物
1	7.190	773.1878	773.1924	C ₃₆ H ₃₇ O ₁₉ ⁺	Cyanidin 3- <i>O</i> -caffeoylglucoside-5- <i>O</i> -glucoside
2	7.245	757.1930	757.1974	C ₃₆ H ₃₇ O ₁₈ ⁺	<i>cis</i> -Shisonin
3	7.503	757.1907	757.1974	C ₃₆ H ₃₇ O ₁₈ ⁺	Shisonin
4	7.279	859.1858	859.1927	C ₃₉ H ₃₉ O ₂₂ ⁺	Cyanidin 3- <i>O</i> -caffeoylglucoside-5- <i>O</i> -malonylglucoside
5	7.374	843.1901	843.1978	C ₃₉ H ₃₉ O ₂₁ ⁺	Malonyl- <i>cis</i> -shisonin
6	7.688	843.1888	843.1978	C ₃₉ H ₃₉ O ₂₁ ⁺	Malonyl-shisonin
7	7.598	787.2025	787.2080	C ₃₇ H ₃₉ O ₁₉ ⁺	Cyanidin 3- <i>O</i> -feruloylglucoside-5- <i>O</i> -glucoside

については保持時間 7.374 分 (ピーク 5) と 7.688 分 (ピーク 6)、m/z=787 については保持時間 7.598 分 (ピーク 7)、7.837 分 (ピーク 8)、8.248 分 (ピーク 9) にピークがそれぞれ検出された。

各抽出イオンクロマトグラムピークが示す化合物を確認するために MS/MS スペクトルを取得した (図 2)。まずピーク 1 のスペクトルを調べた。その結果、プリカーサーイオンとして m/z=773.1878、三つのプロダクトイオンとして m/z=611.1369、449.1061、287.0533 が検出された。まずプリカーサーイオンの m/z を LC-MS 装置に付属のソフトウェアで解析したところ、最も近似した分子式は C₃₆H₃₇O₁₉⁺ であることが分かった。Yan-Kang らのシソ色素の解析では⁴⁾、分析式 C₃₆H₃₇O₁₉⁺ の化合物は Cyanidin 3-*O*-caffeoylglucoside-5-*O*-glucoside (Cy3CaG5G) であ

ると報告しており、本実験でも同じ化合物を検出している可能性がある。続いてプロダクトイオンについて検討した。本実験で得られた一つめのプロダクトイオン (611.1369) はプリカーサーイオンからグルコースが脱離したもので、二つめのイオン (449.1061) はアシル基 (caffeoylglucoside 部) が脱離したもので、三つめのイオン (287.0533) はグルコースと同アシル基が脱離したもので、すなわちシアニジンの質量とそれぞれ一致する。プロダクトイオンのパターンは、シアニジンにグルコースと caffeoylglucoside 部が結合したものがプリカーサーイオンであることを示唆している。したがって分子式、フラグメントイオンのパターン、既報⁴⁾ から予想される通り、プリカーサーイオン (m/z=773.1878) は Cy3CaG5G であると推定した。

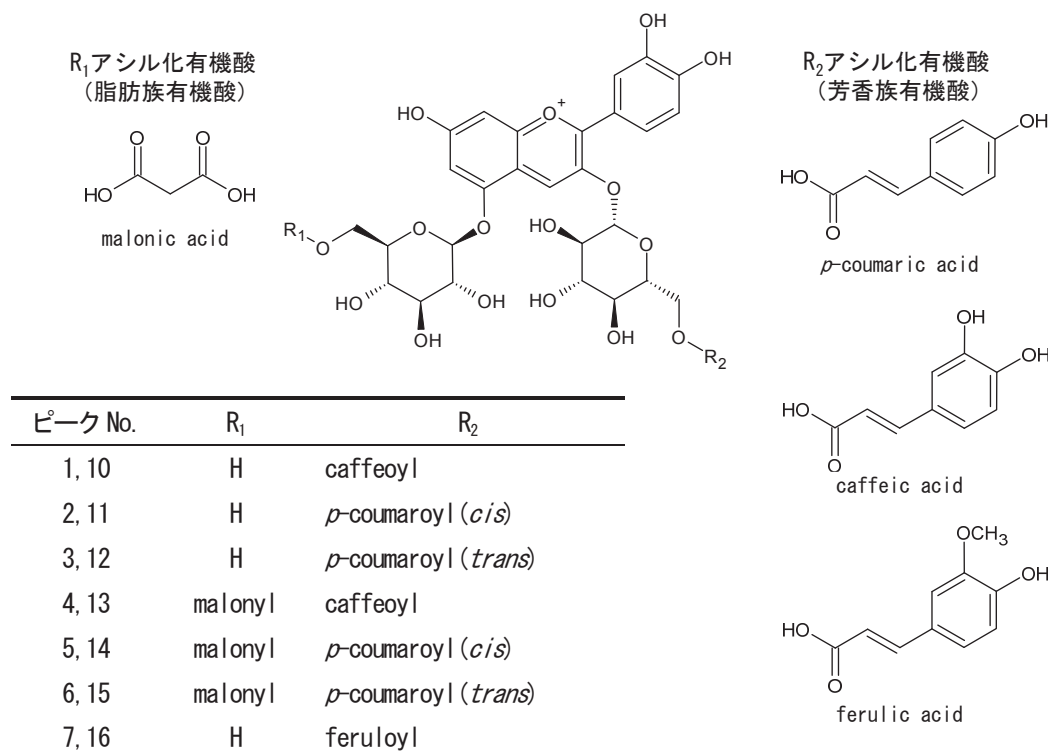


図3 シソアントシアニンの構造式

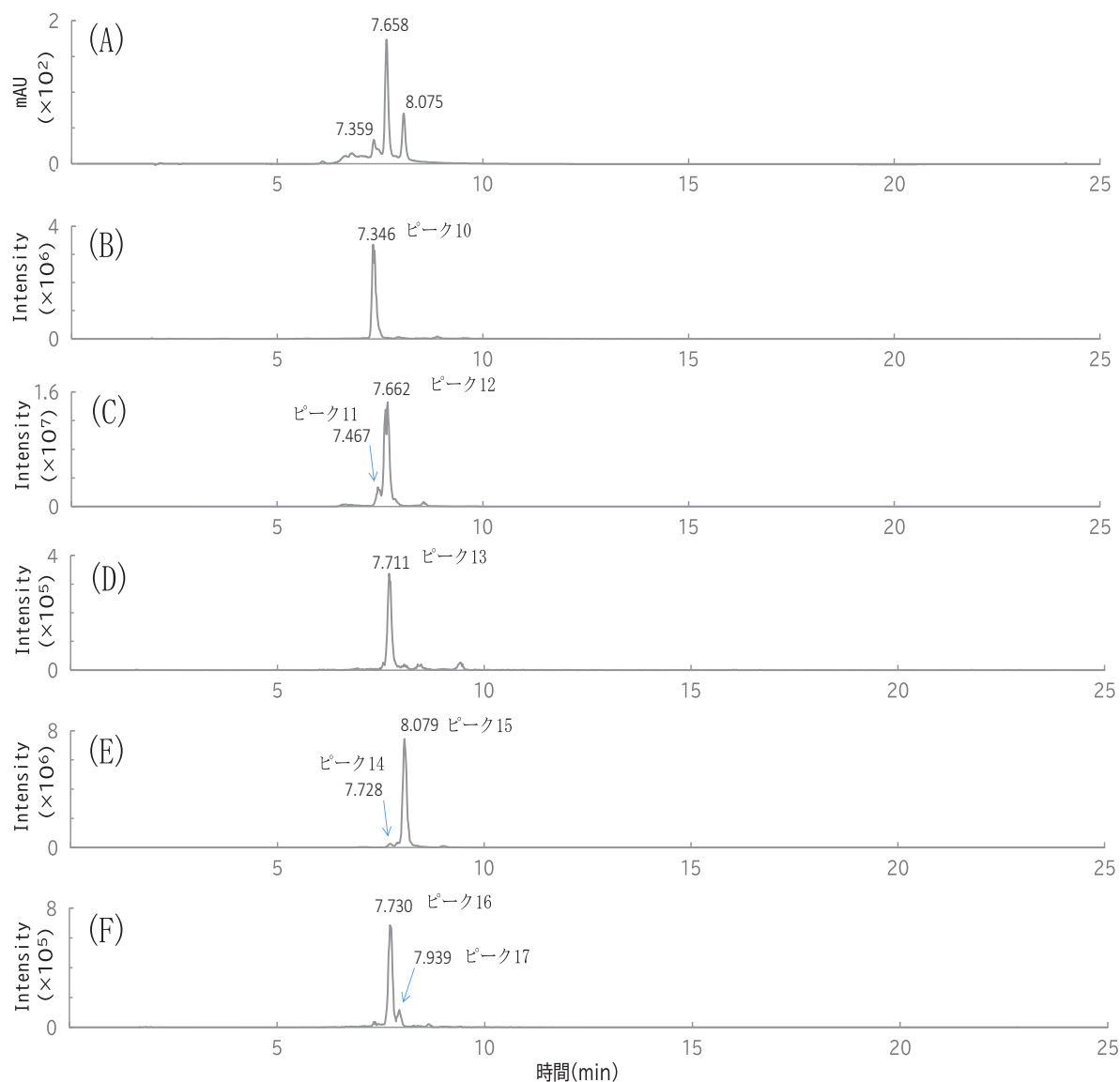


図4 シソ加工品のPDAクロマトグラム及び抽出イオンクロマトグラム

PDAクロマトグラム：(A) 波長 525nm、抽出イオンクロマトグラム：(B) m/z 773、(C) m/z 757、
(D) m/z 859、(E) m/z 843、(F) m/z 787

m/z=757 の抽出イオンクロマトグラムについても同様に化合物の同定を試みた。ピーク 2 及び 3 について MS/MS スペクトルをそれぞれ取得し、プリカーサーイオンとプロダクトイオンとを解析した。その結果、どちらも分子式が $C_{36}H_{37}O_{18}^+$ であること、プロダクトイオンが脱グルコース、脱アシル基 (coumaroylglucoside 部)、シアニジンにそれぞれ一致していることが分かった。したがって両ピークは Shisonin (3-*p*-coumaroylglucoside-5-glucoside) であると判断した。既報⁴⁾は、保持時間が短くてピーク面積値が低い方を *cis*-shisonin (3-(*Z*)-*p*-coumaroylglucoside-5-glucoside)、保持時間が長く

てピーク面積値が高い方を Shisonin (3-(*E*)-*p*-coumaroylglucoside-5-glucoside) として同定している。こうしたピークの保持時間とピーク面積の傾向は本実験で得られた両ピークについても同じであった。したがってピーク 2 を *cis*-shisonin、ピーク 3 は Shisonin であると推定した。

m/z=859 及び 843 の抽出イオンクロマトグラムについても上述と同様の同定を行った。その結果、ピーク 4 は Cyanidin 3-*O*-caffeoylglucoside-5-*O*-malonylglucoside (Cy3CaG5MG)、ピーク 5 は Malonyl-*cis*-shisonin、ピーク 6 は Malonyl-shisonin であると推定した。

表2 シソ加工品のアントシアニン

ピーク No.	保持時間 (min)	測定値 (m/z)	理論値 (m/z)	分子式	化合物
10	7.346	773.1857	773.1924	C ₃₆ H ₃₇ O ₁₉ ⁺	Cyanidin 3- <i>O</i> -caffeoylglucoside-5- <i>O</i> -glucoside
11	7.467	757.1906	757.1974	C ₃₆ H ₃₇ O ₁₈ ⁺	<i>cis</i> -Shisonin
12	7.662	757.1901	757.1974	C ₃₆ H ₃₇ O ₁₈ ⁺	Shisonin
13	7.711	859.1880	859.1927	C ₃₉ H ₃₉ O ₂₂ ⁺	Cyanidin 3- <i>O</i> -caffeoylglucoside-5- <i>O</i> -malonylglucoside
14	7.728	843.1902	843.1978	C ₃₉ H ₃₉ O ₂₁ ⁺	Malonyl- <i>cis</i> -shisonin
15	8.079	843.1933	843.1978	C ₃₉ H ₃₉ O ₂₁ ⁺	Malonyl-shisonin
16	7.730	787.2035	787.2080	C ₃₇ H ₃₉ O ₁₉ ⁺	Cyanidin 3- <i>O</i> -feruloylglucoside-5- <i>O</i> -glucoside

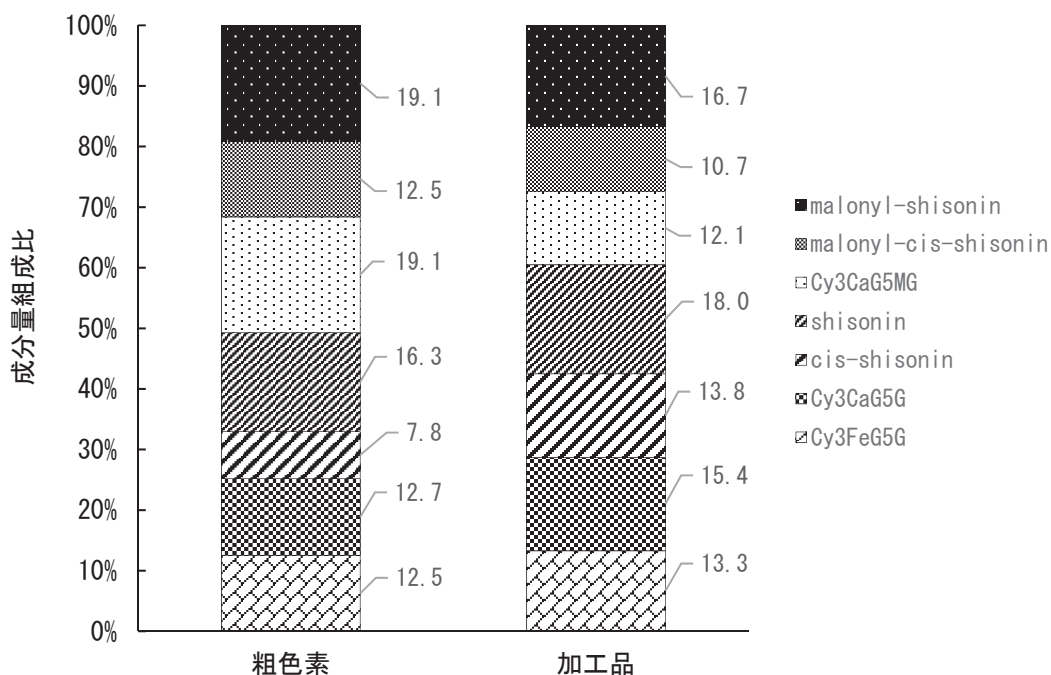


図5 シソの粗色素及び加工品のアントシアニン組成

m/z=787 の抽出イオンクロマトグラムでは三つのピークが出現した。保持時間 7.598 分のピークを上述と同様に同定し、Cyanidin 3-*O*-feruloylglucoside-5-*O*-glucoside (Cy3FeG5G) であると推定した。保持時間 7.837 分と 8.248 分についても同様の解析を試みたものの、両ピークから明瞭な MS/MS スペクトルを取得することができなかったことから、ピーク成分の推定には至らなかった。

シソの粗色素に含まれているアントシアニンの解析結果について表 1 にまとめた。またそれらの構造式は図 3 に示した。既報⁴⁾では最も短い保持時間が *cis*-shisonin であり、次に短いのが Cy3CaG5G である。しかしながら、本実験ではこの順位が入れ替わり、*cis*-shisonin よりも Cy3CaG5G の方が保持時間は短かった。これら以外の五つのアントシアニンの保持時間については既報⁴⁾と同じ傾向であり、Cy3CaG5MG、Malonyl-*cis*-shisonin、Shisonin、

Cy3FeG5G、Malonyl-shisonin の順位で長かった。

3. 2 シソ加工品のアントシアニン解析

シソ粗色素に続いて、シソ加工品のアントシアニン解析も行った。図 4 に波長 525 nm で抽出した PDA クロマトグラムと、5 種類の抽出イオンクロマトグラムとを示す。まず PDA クロマトグラムを見ると、保持時間 7 分から 8 分付近にピークが出現していたことから、シソ加工品についてもこの保持時間付近でのアントシアニンの検出が予想される。次に 5 種類の m/z による抽出イオンクロマトグラムを見ると、m/z=773 については保持時間 7.346 分 (ピーク 10)、m/z=757 については保持時間 7.467 分 (ピーク 11) と 7.662 分 (ピーク 12)、m/z=859 については保持時間 7.711 分 (ピーク 13)、m/z=843 については保持時間 7.728 分 (ピーク 14) と 8.079 分 (ピーク 15)、m/z=787 については保持時間 7.730 分 (ピーク 16)

と 7.939 分 (ピーク 17) にそれぞれピークが検出された。

シソ加工品についても MS/MS スペクトルを取得し、アントシアニン解析を進めた。m/z=787 の抽出イオンクロマトグラムに出現したピーク 17 については、明瞭な MS/MS スペクトルを取得できなかったことから解析ができなかった。これ以外のピーク 10~16 については粗色素の解析と同様の結果が得られた。その結果については表 2、構造式については図 3 に示す。保持時間の順位は粗色素の解析と同じ結果を示し、最短は Cy3CaG5G、最長は Malonyl-shisonin であった。

3. 3 シソ色素のアントシアニン組成

以上のように、粗色素から七つのアントシアニンが検出された。LC-MS 装置で得られたデータを解析し、これらアントシアニンの各ピーク面積値 (ピーク 1~7) を解析した。各ピーク面積値を対数に変換し、ピーク 1~7 の面積対数値の総和を算出した。この総和を 100 と見なした場合の各ピーク面積比を百分率で表し、アントシアニン組成を調べるために積み上げ棒グラフを作図した (図 5)。シソ加工品のピーク 10~16 についても同様の解析を行った。

粗色素に含まれているアントシアニンの組成を見ると、Malonyl-shisonin 及び Cy3CaG5MG が最も高く 19.1%であった。次いで高い組成比を示したのは Shisonin であり、16.3%であった。Malonyl-*cis*-shisonin (12.5%)、Cy3CaG5G (12.7%)、Cy3FeG5G (12.5%) は同等の組成比を示し、*cis*-shisonin は最も低い組成比 (7.8%) を示した。

加工品に含まれているアントシアニンの組成を見ると、Shisonin が最も高い組成比 (18.0%) を示し、これに次ぐ高い値を示したのは Malonyl-shisonin (16.7%) であった。*cis*-shisonin (13.8%) 及び Cy3CaG5G (15.4%) が同等の組成比を示し、Cy3FeG5G (13.3%)、Cy3CaG5MG (12.1%)、Malonyl-*cis*-shisonin (10.7%) の順位で組成比が低くなった。

粗色素と加工品の組成比を各成分別に比較した。粗色素よりも加工品における組成比が低い成分は Malonyl-shisonin、Malonyl-*cis*-shisonin、Cy3CaG5MG であった。これら以外の Shisonin、*cis*-shisonin、Cy3CaG5G、Cy3FeG5G については粗色素よりも加工品における値の方が高かった。

粗色素に比べて加工品における組成比の方が低かった三つのアントシアニンには共通項がある。そ

れはアントシアニン骨格の A 環 5 位がマロン酸でアシル化された構造をもつことである。これら三つ以外のアントシアニンは C 環 3 位が芳香族有機酸でアシル化されているものの、A 環 5 位はグルコースが結合しているだけである。

粗色素と加工品のアントシアニン組成比を観察した結果、両者は異なる傾向にあり、その傾向がアントシアニンの構造に関連することが示唆された。各アントシアニンは加工によってある程度の影響を受ける筈であるが、その影響の程度はアントシアニンの構造によって異なる可能性がある。

表 3 保存試験後のシソ加工品の色調

試験区	L*	a*	b*	ΔE
対照	35.56	24.90	19.95	—
10°C	34.56	24.59	19.56	1.18
24°C	33.96	24.59	18.31	2.31
36°C	40.60	25.69	18.59	5.28
55°C	43.71	31.47	13.97	12.06

3. 4 シソ加工品の保存試験後の色変化

食品の賞味期限を設定する際に用いられる加速試験の方法を参考にして、シソ加工品を 10°C から 55°C の範囲の四つの温度試験区で 35 日間保存した。保存前の試料を対照として、各温度試験区の試料の色をそれぞれ調べた (表 3)。対照の色を調べると、L*=35.56、a*=24.90、b*=19.95 であった。各温度試験区の色については温度が上昇するに従って、L*値と a*値は高くなり、b*値は低くなる傾向が見られた。対照との各温度別の色差 ΔE を算出すると、10°C 試験区は 1.18、24°C 試験区は 2.31、36°C 試験区は 5.28、55°C 試験区は 12.06 であった。保存温度が高くなるのに従って高い色差を示す、すなわち色の変化が大きいことを確認した。

各温度で保存した試料に含まれているアントシアニンの成分量を解析した。上述 (3. 3) と同様に、各ピーク面積を解析後、対数変換したものを成分量として、温度別に積み上げ棒グラフを作図 (図 6) した。対照区と比べて、10°C、24°C の両試験区はほぼ同等の成分量を示し、組成比もほぼ同じであった。36°C の試験区については対照と比較して成分量の総和が減少していた。この温度試験区の各成分量を対照区と同成分量で除したところ、Malonyl-shisonin 0.86、Malonyl-*cis*-shisonin 0.76、

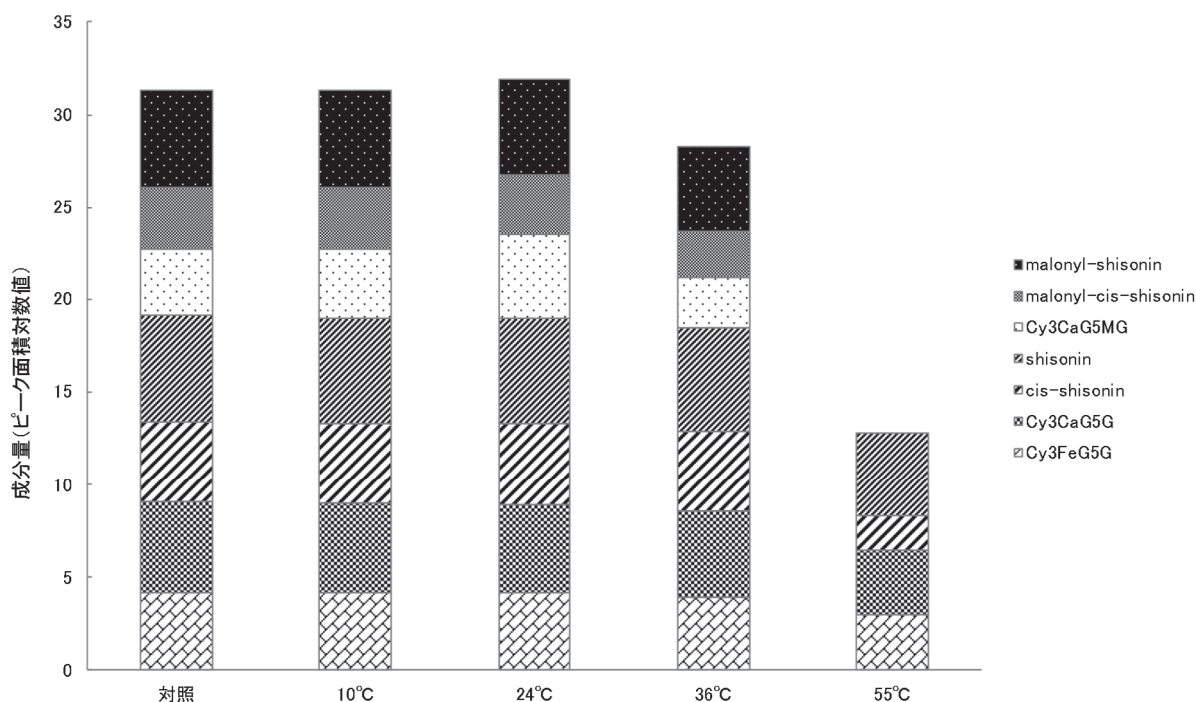


図6 シソの粗色素及び加工品のアントシアニン組成

Cy3CaG5MG 0.77, shisonin 0.97, cis-shisonin 0.99, Cy3CaG5G 0.95, Cy3FeG5G 0.94 であった。マロン酸のアシル化アントシアニン以外の4成分については0.94以上の値を示し、対照区と36°C試験区の成分量はほぼ同等であることが分かった。一方で、マロン酸のアシル化アントシアニンである3成分については、0.77~0.86の値を示し、成分量の減少が明示された。55°Cの試験区については対照と比べて明らかに成分量の総和が減少していた。36°C試験区と同様に対照区に対する各成分量比を算出したところ、Shisonin 0.71, cis-shisonin 0.79, Cy3CaG5G 0.43, Cy3FeG5G 0.72 であった。これらマロン酸のアシル化アントシアニン以外の4成分量の減少は明らかであるものの、まだ十分に検出できるレベルの成分量が残存していた。これに対して、マロン酸のアシル化アントシアニンである3成分についてはほとんど残存しておらず、検出できるレベルの成分量ではなかった。

津久井と寺原らはシソ色素から Cyanidin-3, 5-diglucoside, Shisonin, Malonyl-shisonin を検出し、その中で Malonyl-shisonin が加熱及び紫外線照射で最も不安定であり、耐熱性、耐光性が低いことを報告している⁵⁾。三つの成分について、アントシアニン骨格のA環5位がマロン酸でアシル化された構造であるかどうかで区別すると、Malonyl-shisonin のみが該当する。本実験においても保存試

験区の温度が高くなるのに従って、マロン酸のアシル化アントシアニン量が減少していたことから、同じ傾向の結果が得られたと考える。品川らは⁶⁾、しば漬けに含まれているナス及び赤シソ由来のアントシアニンが熟成の期間、安定的であることを報告している。本実験においても10°C及び24°Cの保存試験区ではアントシアニンの成分量は対照とほぼ同等であった。しば漬け熟成期間のように、特に加熱しない条件下であればアントシアニンは安定的であるという同様の結果が得られた。

本実験では色素の安定性についていくつかの有用な知見が得られた。アントシアニン色素を含む原料を用いた加工品は特徴的な色を示し、嗜好性のある食品の開発が可能である。県内ではこうした色素を有する素材を活用した食品の開発が行われている⁷⁻⁹⁾。こうした食品の嗜好性及び保存性を高めるために、本実験で得られた知見を今後活用する。

4 まとめ

赤シソからの粗色素に含まれているアントシアニン色素を解析した。LC-MS装置で粗色素の解析を行った結果、七つのアントシアニンを検出した。赤シソの加工品についても同様のLC-MS解析を行った結果、七つの同じアントシアニンを検出した。粗色素と加工品のアントシアニン組成比を観察したところ、両者は異なる傾向にあり、その傾向がアント

シアニンの構造（アントシアニン骨格のA環5位がマロン酸でアシル化された構造）に関連することが示唆された。一方で加工品の保存試験を行ったところ、こうしたアントシアニンの構造が加熱に対する安定性にも影響する可能性が示唆された。

参考文献

- 1) 藤田勝治：日本食品大事典、医歯薬出版株式会社、(2003)139
- 2) 西川研次郎：食品機能性の科学、産業技術サービスセンター、(2008)691
- 3) K. Yoshida et al. : Agric. Biol. Chem.、54(7)、(1990)1745-1751
- 4) Yan-Kang He et al. : Molecules、20、(2015)955-9169
- 5) 津久井重紀夫ら：食科工、43(4)、(1996)113-119
- 6) 品川弘子ら：家政誌、48(12)、(1997)1071-1076
- 7) R. Matsuura et al. : J. Agric. Food Chem. : 56(2) 、(2008)544-549
- 8) B. Hsieh et al. : Food Sci. Technol. Res. : 14(4) 、(2008)383-388
- 9) 森山洋憲ら：高知県工業技術センター報告、40、(2009)11-15

市販酒分析結果への探索的データ解析手法の適用

下藤 悟 甫木 嘉朗 土居 睦卓 加藤 麗奈 森山 洋憲 上東 治彦*

Application of Exploratory Data Analysis Methods for Analyses Data of Sake

Satoru SHIMOFUJI Yoshiro HOKI Tomotaka DOI Reina KATO Hironori MORIYAMA
Haruhiko UEHIGASHI*

県内の日本酒 147 品について化学分析を行い、得られた結果の解析方法について整理した。探索的データ解析として、基礎統計量、箱ひげ図、度数分布（ヒストグラム、密度曲線）、散布図と周辺分布、ヒートマップ、階層的クラスタ分析、主成分分析を採用し特徴の可視化を行った。今回得られた知見を基に、さらに収集した県外酒の分析データと統合することで市販酒の分析データの活用を進めていく。

1 まえがき

分析機器やPCの発展により多数のデータを収集、解析することが容易となった。しかし、収集した膨大なデータを活用するための方策は定められていない。そのため、一つ一つ解析手法を適用していき、データ活用の道を探る必要があるが、その解析方法の一つとしてまとめられたものに探索的データ解析がある。

探索的データ解析とは、得られたデータから新たに何らかの構造を探り出すことを目的とするものであり、データマイニングにも取り入れられている。データマイニングとの違いは、データマイニングは有用な情報をデータから抽出することを目的とするが、探索的データ解析ではデータの整理、可視化によって有用な情報を発見しやすい状態にすることを目的とする点である。数千、数万以上のサンプルからなるビッグデータであれば、データマイニングの適用による情報の要約、抽出の自動化が必要となる。しかし、そこまで大きくないサンプル数のデータにおいては、探索的データ解析を適用し、可視化されたデータを実際に見ながら活用に向けた知見を得ることを最初の手段とすることが有用である。

そこで本研究では、県内の日本酒を分析して得られたデータから知見を得ることを目的として、探索的データ解析の適用を行った。

2 実験方法

2.1 試料

令和4年9月から10月にかけて購入した県内酒造会社で醸造された日本酒147品を試料として用い

た。内訳としては、純米酒50品、純米吟醸酒49品、純米大吟醸酒48品であった。

2.2 化学分析

分析は、日本酒における一般成分（酸度、アミノ酸度、グルコース濃度(glucose)）及び香気成分（アセトアルデヒド(AA)、酢酸エチル(EtAc)、n-プロピルアルコール(nPrOH)、イソブチルアルコール(iBuOH)、酢酸イソアミル(iAmAc)、イソアミルアルコール(iAmOH)、カプロン酸エチル(EtCapr)、カプリル酸エチル(EtCap1)、酢酸(Ac)、カプロン酸(Capr))について行った。酸度、アミノ酸度は国税庁所定分析法に従って測定した。glucoseはグルコースCII-テストワコー(富士フイルム和光純薬株式会社製)を用いて測定した。香気成分は吉沢らの方法¹⁾に従ってヘッドスペースガスクロマトグラフィー(アジレント・テクノロジー株式会社製)を用いたヘッドスペース法により測定した。

2.3 統計解析方法

統計解析はMicrosoft Excel 2016及びR (version 3.53, <https://www.r-project.org/>)を用いた。

2.3.1 探索的データ解析

化学分析の結果得られたデータについて、基礎統計量、箱ひげ図、度数分布（ヒストグラム、密度曲線）、散布図と周辺分布、ヒートマップ、階層的クラスタ分析(ward法)、主成分分析により、データの要約、可視化を行った。

* 高知県酒造組合

表1 化学分析の結果(n=147)

	mean	S.D.	min	max	cv
水溶性成分					
酸度	1.63 ±	0.24	1.10	3.16	0.15
アミノ酸度	0.95 ±	0.24	0.53	1.67	0.25
glucose	1.69 ±	0.87	0.37	3.93	0.51
香気成分					
AA	24.22 ±	8.29	1.10	47.00	0.34
EtAc	67.21 ±	18.97	18.60	109.30	0.28
nPrOH	48.21 ±	11.60	23.80	78.80	0.24
iBuOH	43.25 ±	10.68	23.70	85.70	0.25
iAmAc	2.91 ±	1.54	0.29	7.70	0.53
iAmOH	122.31 ±	20.15	78.40	193.40	0.16
EtCapr	3.38 ±	2.97	0.11	12.85	0.88
EtCapl	0.70 ±	0.42	0.00	1.82	0.60
Ac	31.40 ±	41.39	0.00	205.30	1.32
Capr	19.83 ±	20.45	0.00	129.80	1.03

cv: 変動係数 = 標準偏差(S.D.) / 平均値(mean)

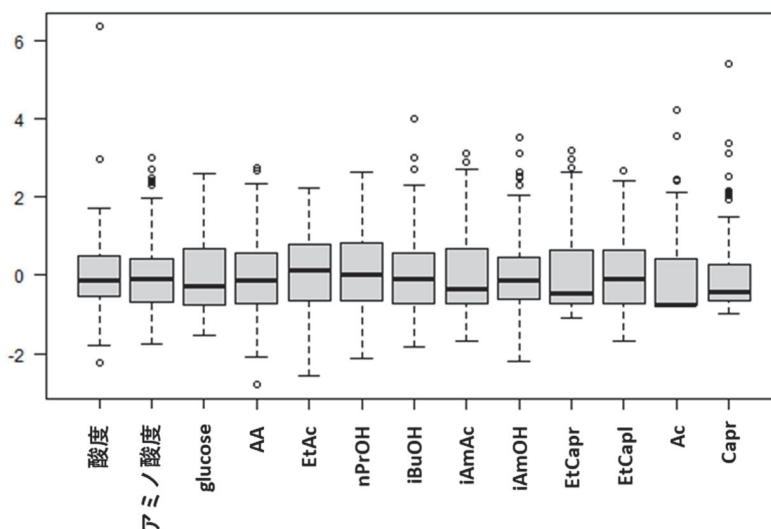


図1 化学分析の結果の分布(データを標準化したもの)

3 結果及び考察

3.1 試料の特徴

3.1.1 基礎統計量と箱ひげ図 全体の概要

試料の特徴として、化学分析の結果を表1に示す。純米系を中心に試料としたため、各評価項目の最小値と最大値の差が大きく、幅広い試料群であることが分かる。また、基礎統計量を視覚化したものとして箱ひげ図を図1、2に示す。図1は各分析データを平均値と標準偏差で標準化したもので、平均値0、標準偏差1の尺度に変換するため、元のデータの大きさに関わらずデータの分散具合を比較することができる。

一方で、図2は元のデータのまま、同じぐらいの尺度のものでグループ化し箱ひげ図を作成した。こ

ちらの方が元データの尺度で表されるため実際の分散が理解しやすいため、用途によって使い分ける必要がある。

3.1.2 度数分布 1変数での可視化

試料の分布を示すものとして、ヒストグラム、密度曲線がある。酸度、glucoseの分布について、ヒストグラムと密度曲線で表したものを図3に示す。箱ひげ図では基礎統計量が分かりやすいが、こちらの方が全体の分布は把握しやすく、基礎統計量だけでは表しきれない情報を得ることができる。ヒストグラムの幅の設定やグラフの描画方法によって印象が大きく変わるため、慎重に選択する必要がある。

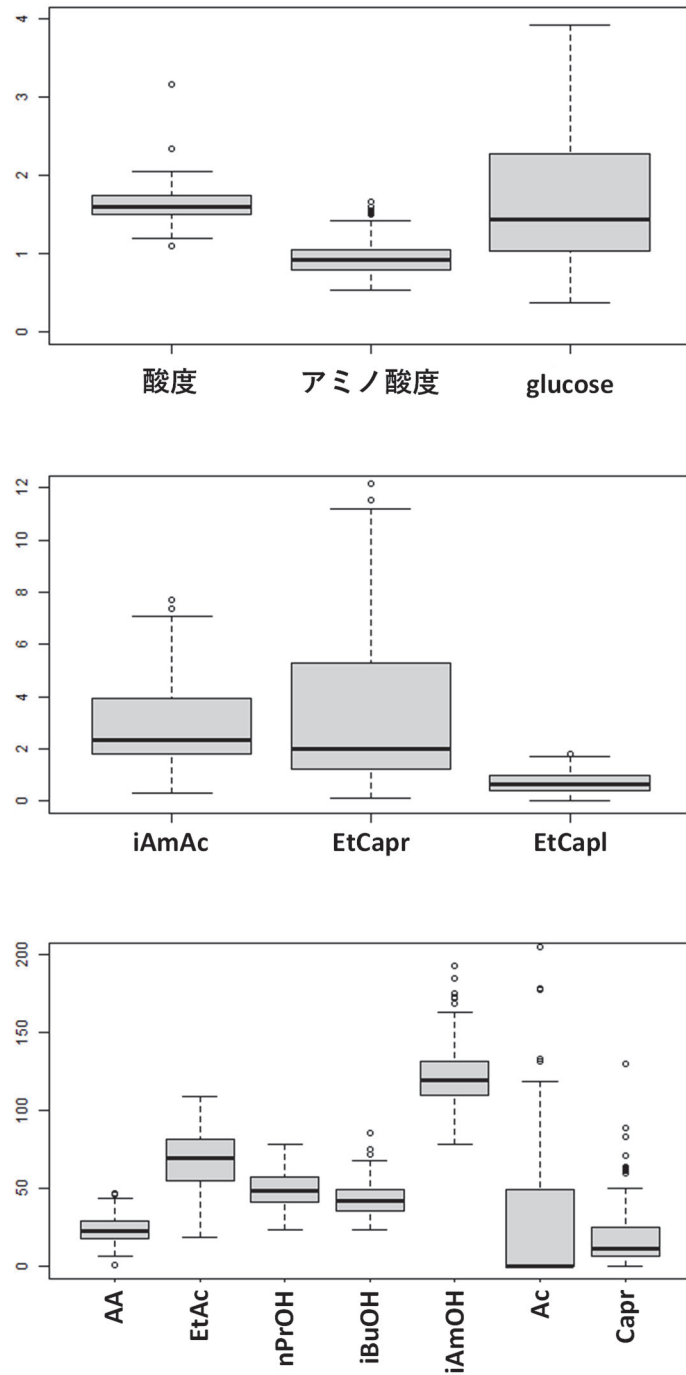


図2 化学分析の結果の分布

(データは変換無しで、スケールの近いものでグループ化したもの)

3. 1. 3 散布図と周辺分布 2変数での可視化

2変数の分布を示すものとして、散布図と周辺分布を組み合わせたものがある。酸度と glucose、EtCapr と iAmAc の分布について散布図と周辺分布で表したものを図4に示す。2つの変数を組み合わせて散布図にすることで、表や1変数での度数分布か

ら得ることのできない関係性を視覚化することができる。また、周辺分布を組み合わせることで、単一変数の分布も把握できる。試料のグループ分けや注目したい試料のプロット(図中の点)の色を変えることで、全体の中の位置を理解しやすくなるため、差別化や有意性を説明する際に活用しやすい。

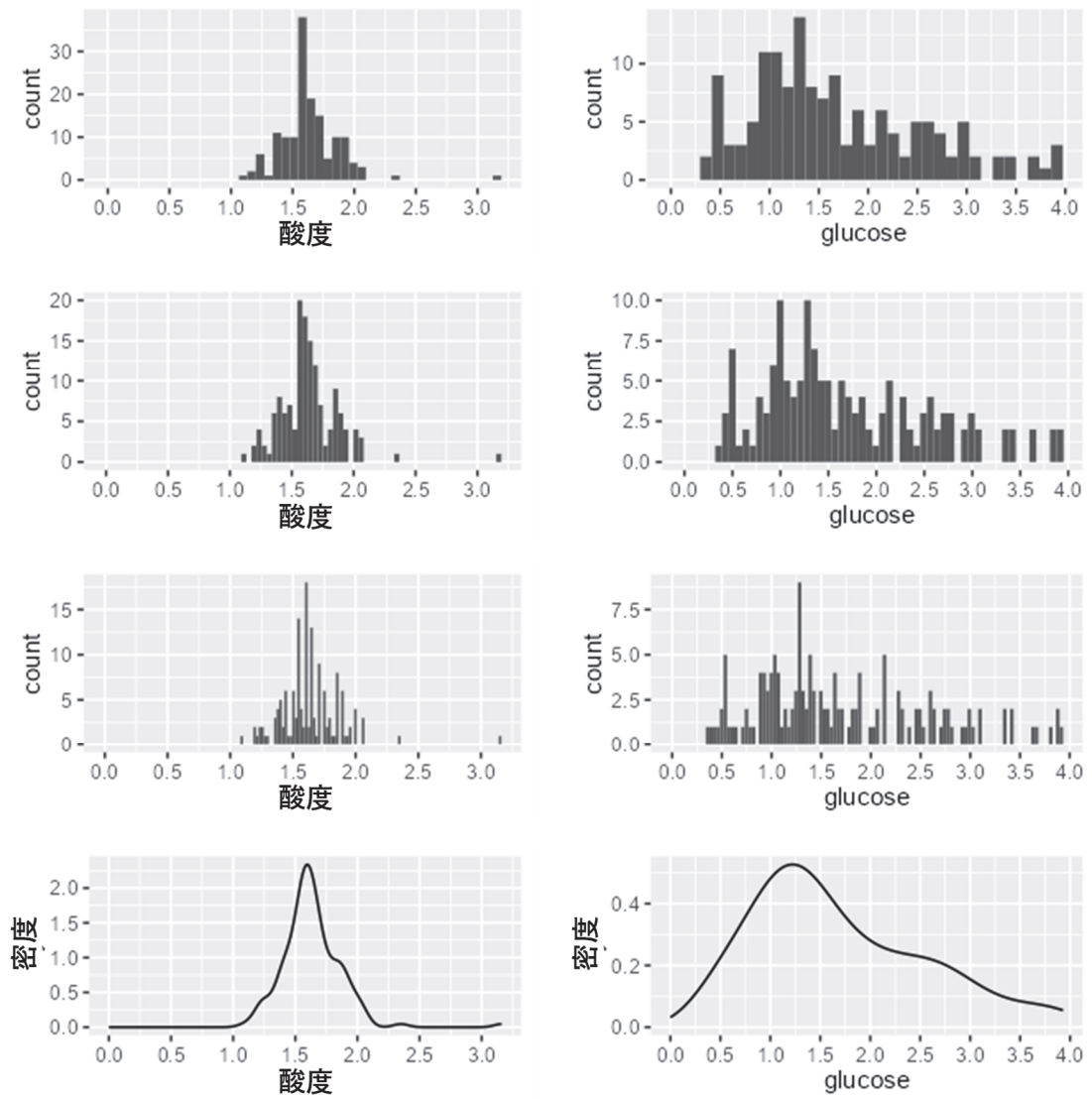


図3 グルコース濃度順に並べた試料に対する各パネルの甘味の強さの評価結果

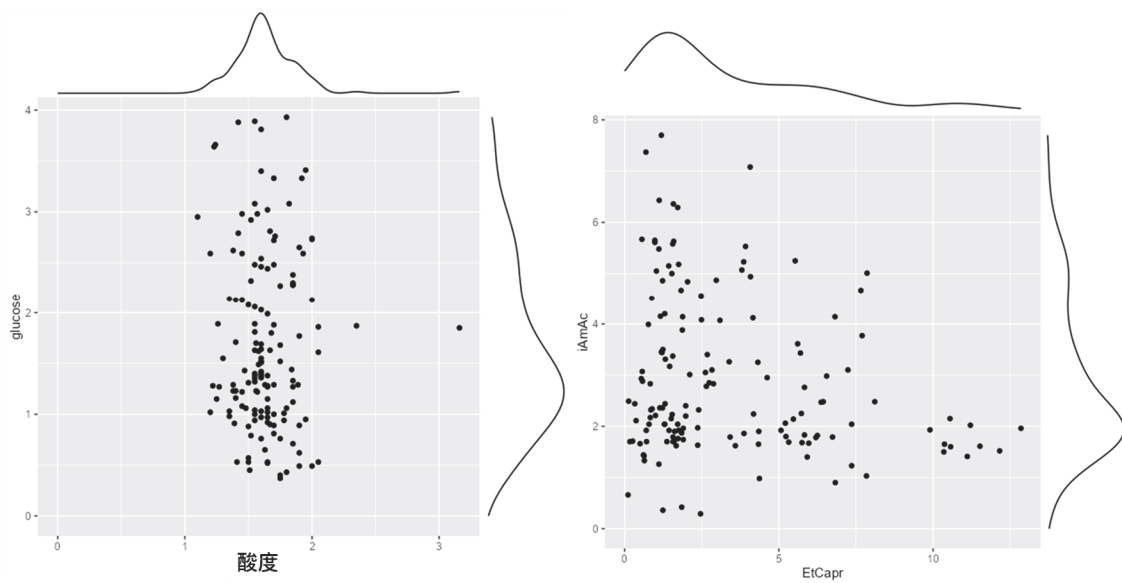


図4 散布図と周辺分布

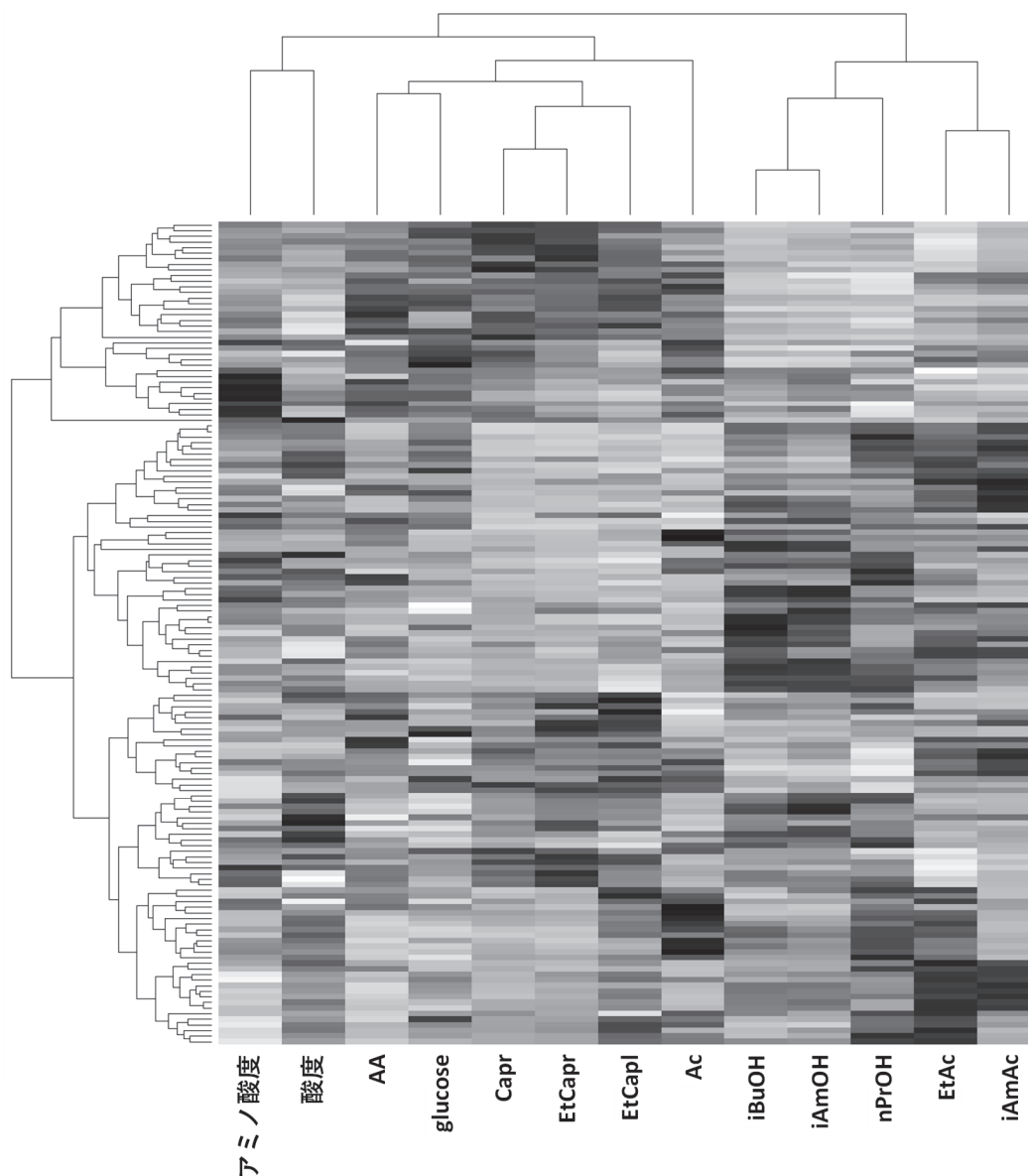


図5 化学分析の結果のヒートマップ n=147

3. 2 データの要約

3. 2. 1 ヒートマップ

試料の化学分析の結果をヒートマップで表したものを図5に示す。ヒートマップを作成する際にはクラスター分析を組み合わせることが多く、多次元データに基づくグルーピングを視覚的に理解しやすい。ヒートマップでは全体の傾向をざっくりと把握したうえで、後述のクラスター分析によって得られた詳細な結果の確認を行う際に使用する。

3. 2. 2 クラスター分析

試料の化学分析の結果をクラスター分析した結果、得られたデンドログラム(樹形図)を図6に示す。デンドログラムでは、データに基づいて分類し

ていく際の順序が示されるが、具体的にいくつかのクラスターに区切るのかは明示されない。そこで一つの判断基準としてエルボー法(エルボープロット)が挙げられる。クラスター分析の結果から得られたエルボープロットを図7に示す。エルボープロットは最適なクラスター数を求めるための手法であり、クラスターの歪みの改善度合いを指標とする。クラスター数を増やしていくと、歪みが小さくなっていくが、一定のところで改善の効果が小さくなるクラスター数がある。今回はこのエルボープロットを参考に、仮にクラスター数を14とし解析を進めた。

クラスター分析の結果得られた14のクラスターに基づき、それぞれのクラスターに含まれる試料の平均値を算出した。その結果を表2に示す。この平

均値が各クラスターの特徴を代表する値といえる。元データに慣れていない人にとってはこちらの表でも理解しやすいが、データの全体像がこの表からではわからないため、各クラスターの全体での位置づけが判断しにくい。そこで、標準化したデータで平均したものを表3に示す。標準化したデータなので、0が全体の平均となり、±1を基準にクラスターの特徴を判別することができるため、こちらの方が全体での位置づけは感覚的に理解しやすくなる。

クラスター分析はクラスター数を変えて平均値を比較したり、クラスターの平均値に最も近い試料をクラスターを代表する試料とする、といった形で活用できる。

3. 2. 3 主成分分析

主成分分析とは、たくさんの量的な変数を、より少ない指標や合成変数に要約する手法である。化学分析の結果に対して主成分分析を行った。その結果の一つとして、各主成分軸の標準偏差、寄与率をまとめたものを表4に示す。何番目の主成分軸までを

採用するかは、標準偏差が1以上かどうかを気にすることが多い。今回はPC4までを有意な軸として解析を進めた。

各主成分軸の主成分負荷量を表5、代表的なもののみ抜粋したものを表6に示す。主成分負荷量はすべての変数に対して算出されるが、表6のように各変数において主成分負荷量の絶対値が最大となる軸で議論がなされる。今回の場合、第1主成分(PC1)、第2主成分(PC2)に香気成分が多く含まれており、収集した日本酒の特徴は香気成分を軸として大きく分散しているといえる。

主成分分析の結果得られたPC1とPC2を散布図としてプロットしたものを図8に示す。主成分分析の考え方としては、PC1とPC2の寄与率の合計は0.51なので、図8でデータ全体の51%の情報が要約されていることとなる。このように主成分分析によって多次元のデータを要約して2次元で示し、さらに前述したクラスター分析の結果を組み合わせることで、全体像を眺めながら議論することもできる。

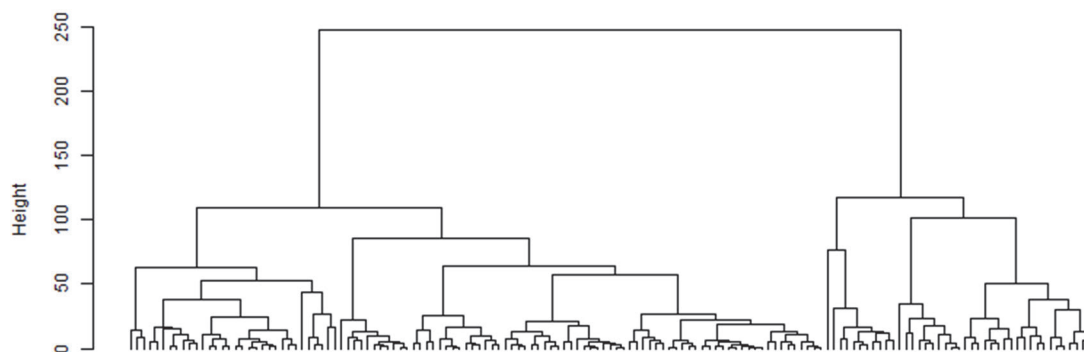


図6 クラスター分析結果(デンドログラム)

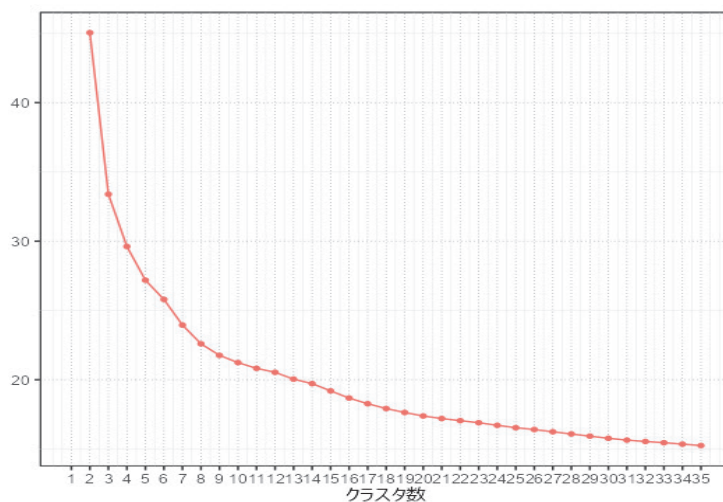


図7 エルボープロット

表2 各クラスターの化学分析の結果の平均値

クラスター	酸度	アミノ酸度	glucose	AA	EtAc	nPrOH	iBuOH	iAmAc	iAmOH	EtCapr	EtCapl	Ac	Capr
1	1.58	0.84	1.36	20.58	87.06	48.20	46.07	4.95	126.72	2.07	0.61	4.23	7.41
2	1.53	0.84	1.20	29.23	75.58	37.61	36.70	4.20	114.11	4.24	0.97	19.48	21.23
3	1.40	0.84	2.30	28.95	59.82	33.88	32.11	2.51	101.15	4.51	0.67	51.51	37.72
4	1.70	0.82	0.82	16.25	63.97	53.61	55.69	2.33	147.76	1.81	0.35	3.72	7.99
5	1.65	0.91	1.56	23.47	51.32	47.91	41.09	1.85	118.19	6.00	0.93	0.00	23.34
6	1.55	1.42	2.12	25.82	44.61	38.34	38.36	1.25	121.21	1.50	0.35	48.78	18.19
7	1.90	1.06	2.47	24.07	93.11	64.82	48.47	5.52	125.12	1.58	0.51	2.85	7.81
8	1.72	1.27	1.64	28.23	65.45	55.32	66.32	2.76	171.83	1.60	0.48	0.00	9.88
9	1.61	1.07	2.96	29.92	38.04	38.83	33.19	1.82	104.39	10.47	1.23	44.43	74.15
10	1.61	0.80	1.29	19.18	77.93	53.59	40.03	2.30	115.28	1.77	0.79	56.74	10.27
11	1.83	1.11	1.26	23.39	62.89	64.20	47.69	2.06	127.35	0.72	0.24	28.68	5.96
12	1.45	0.91	2.94	39.39	62.59	31.37	32.20	3.07	97.39	7.38	1.49	87.74	40.11
13	1.57	0.91	1.00	31.93	69.97	52.00	64.33	3.20	154.67	1.11	0.49	162.93	7.20
14	3.16	1.67	1.85	25.60	31.80	40.80	27.60	1.50	93.40	10.35	1.07	84.80	64.00

表3 各クラスターの化学分析の結果の平均値(標準化したもの)

クラスター	酸度	アミノ酸度	glucose	AA	EtAc	nPrOH	iBuOH	iAmAc	iAmOH	EtCapr	EtCapl	Ac	Capr
1	-0.2	-0.5	-0.4	-0.4	1.0	-0.0	0.3	1.3	0.2	-0.4	-0.2	-0.7	-0.6
2	-0.4	-0.5	-0.6	0.6	0.4	-0.9	-0.6	0.8	-0.4	0.3	0.6	-0.3	0.1
3	-1.0	-0.4	0.7	0.6	-0.4	-1.2	-1.0	-0.3	-1.1	0.4	-0.1	0.5	0.9
4	0.3	-0.6	-1.0	-1.0	-0.2	0.5	1.2	-0.4	1.3	-0.5	-0.8	-0.7	-0.6
5	0.1	-0.2	-0.2	-0.1	-0.8	-0.0	-0.2	-0.7	-0.2	0.9	0.5	-0.8	0.2
6	-0.4	1.9	0.5	0.2	-1.2	-0.9	-0.5	-1.1	-0.1	-0.6	-0.9	0.4	-0.1
7	1.1	0.4	0.9	-0.0	1.4	1.4	0.5	1.7	0.1	-0.6	-0.5	-0.7	-0.6
8	0.4	1.3	-0.1	0.5	-0.1	0.6	2.2	-0.1	2.5	-0.6	-0.5	-0.8	-0.5
9	-0.1	0.5	1.5	0.7	-1.5	-0.8	-0.9	-0.7	-0.9	2.4	1.3	0.3	2.7
10	-0.1	-0.6	-0.5	-0.6	0.6	0.5	-0.3	-0.4	-0.3	-0.5	0.2	0.6	-0.5
11	0.8	0.7	-0.5	-0.1	-0.2	1.4	0.4	-0.6	0.3	-0.9	-1.1	-0.1	-0.7
12	-0.8	-0.2	1.4	1.8	-0.2	-1.5	-1.0	0.1	-1.2	1.4	1.9	1.4	1.0
13	-0.3	-0.2	-0.8	0.9	0.1	0.3	2.0	0.2	1.6	-0.8	-0.5	3.2	-0.6
14	6.4	3.0	0.2	0.2	-1.9	-0.6	-1.5	-0.9	-1.4	2.4	0.9	1.3	2.2

表4 主成分分析の結果 各主成分軸の標準偏差と寄与率

	PC1	PC2	PC3	PC4	PC5	PC6	PC7	PC8	PC9	PC10	PC11	PC12	PC13
標準偏差	2.18	1.35	1.20	1.08	1.05	0.91	0.76	0.70	0.54	0.50	0.37	0.28	0.23
寄与率	0.37	0.14	0.11	0.09	0.09	0.06	0.04	0.04	0.02	0.02	0.01	0.01	0.00
累積寄与率	0.37	0.51	0.62	0.71	0.79	0.86	0.90	0.94	0.96	0.98	0.99	1.00	1.00

表5 主成分分析の結果 主成分負荷量

	PC1	PC2	PC3	PC4
水溶性成分				
酸度	0.103	0.146	0.315	0.728
アミノ酸度	-0.053	0.517	0.384	0.001
glucose	-0.278	-0.010	0.370	0.076
香気成分				
AA	-0.253	0.015	0.439	-0.366
EtAc	0.247	-0.536	0.236	0.086
nPrOH	0.317	0.104	0.206	0.313
iBuOH	0.349	0.214	0.189	-0.318
iAmAc	0.150	-0.492	0.428	-0.137
iAmOH	0.332	0.280	0.167	-0.300
EtCapr	-0.385	0.021	0.130	0.036
EtCapl	-0.314	-0.196	0.156	0.014
Ac	-0.169	-0.003	-0.169	0.118
Capr	-0.391	0.091	0.095	-0.006

表6 主成分分析の結果 主成分負荷量
(絶対値が最大のものを抜粋)

	PC1	PC2	PC3	PC4
水溶性成分				
酸度				0.728
アミノ酸度		0.517		
glucose			0.370	
香気成分				
AA			0.439	
EtAc		-0.536		
nPrOH	0.317			
iBuOH	0.349			
iAmAc		-0.492		
iAmOH	0.332			
EtCapr	-0.385			
EtCapl	-0.314			
Ac	-0.169			
Capr	-0.391			

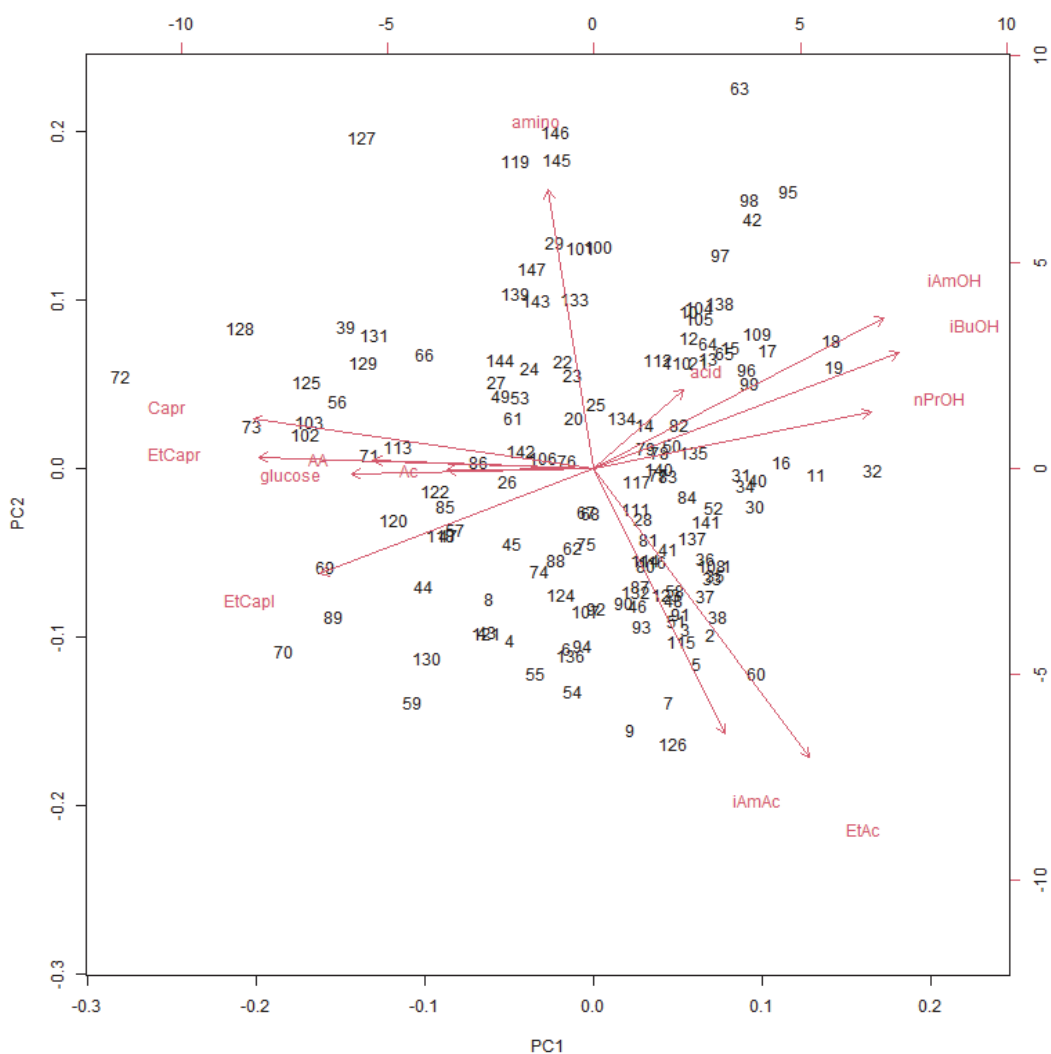


図8 主成分分析結果(PC1 と PC2)

4 まとめ

探索的データ解析を適用することで、収集した日本酒の特徴や全体像を分析データに基づいて整理することができた。今回収集したデータがどのようなものであったかは、今後解析を進めて考察を行っていく。また、今後はさらに高知県外の市販酒を収集し、分析、評価を行い、高知県の日本酒の特徴をより明確に把握できるように解析を進めていく。

参考文献

- 1) 吉沢淑：醸造協会誌、68(1)、(1973)59-61

日本酒の評価データにおける評価傾向の可視化の一例

下藤 悟 甫木 嘉朗 土居 睦卓 加藤 麗奈 森山 洋憲 上東 治彦*

Visualization of Contribution of Physicochemical Analyses to Sensory Evaluation of Characteristics of Sake

Satoru SHIMOFUJI Yoshiro HOKI Tomotaka DOI Reina KATO Hironori MORIYAMA
Haruhiko UEHIGASHI*

県内の日本酒 147 品について官能評価と化学分析を行い、それらの関係性について解析を行った。官能評価はパネル 16 名で行った。香りの強さ、甘味の強さ、酸味の強さ、辛口-甘口、淡麗-濃醇の 5 つの項目について評価を行った。評価は LAM 尺度を用いた。本報告では甘味に関して評価傾向の解析を行った。各パネルの甘味の評価結果と化学分析の結果を用いて重回帰分析、ランダムフォレスト (RF) を行った。重回帰係数、RF の重要度は、グルコース濃度が最も大きい値であり、寄与が大きいことが示された。グルコース以外の項目における重回帰係数、RF の重要度を散布図に示すことで、各パネルの評価傾向を可視化することができた。

1 まえがき

市場に競合商品が数多くある現代において、自社商品の優位性を示すためには明確な差別化とその根拠の提示が必要となる。差別化の根拠として、分析、官能評価データを活用することが一つの手段として挙げられるが、その方法論は確立されていない。また、科学的なデータに基づいて特徴的な商品を作り出すためには嗜好性解析だけでなく、特徴の評価を行った官能評価データの解析が求められる。

そこで本研究では、日本酒の分析、官能評価データを基に特徴に関する評価傾向の解析を試みた。

2 実験方法

2.1 試料

令和 4 年 9 月から 10 月にかけて購入した県内酒造会社で醸造された日本酒 147 品を試料として用いた。内訳としては、純米酒 50 品、純米吟醸酒 49 品、純米大吟醸酒 48 品であった。

2.2 化学分析

分析は、日本酒における一般成分 (酸度、アミノ酸度、グルコース濃度 (glucose)) 及び香気成分 (アセトアルデヒド (AA)、酢酸エチル (EtAc)、n-プロピルアルコール (nPrOH)、イソブチルアルコール (iBuOH)、酢酸イソアミル (iAmAc)、イソアミルアルコール (iAmOH)、カプロン酸エチル (EtCapr)、カプリル酸エチル (EtCapl)、酢酸 (Ac)、カプロン酸 (Capr))

について行った。酸度、アミノ酸度は国税庁所定分析法に従って測定した。glucose はグルコース CII-テストワコー (富士フィルム和光純薬株式会社製) を用いて測定した。香気成分は吉沢らの方法¹⁾に従ってヘッドスペースガスクロマトグラフィー (アジレント・テクノロジー (株) 製) を用いたヘッドスペース法により測定した。

2.3 官能評価

評価はパネル 16 名で行った。評価項目は総合評価と、特徴評価として香りの強さ、甘味の強さ、酸味の強さ、辛口-甘口、淡麗-濃醇の 5 つの項目について評価を行った。総合評価については良し悪しを、香り、甘味、酸味については強弱を評価した。辛口-甘口、淡麗-濃醇については、中心をどちらでもない (甘くも辛くもない / 淡麗でも濃醇でもない) とし両端に対応する言葉についての感覚を評価した。評価はデジタルデバイスでの LAM 尺度によって行った。(図 1) 左端を”想像でき得る限り最も弱い (悪い / 辛口 / 淡麗) ”、右端を”想像でき得る限り最も強い (良い / 甘口 / 濃醇) ”とした 0 から 100 までのスケールバーを用いた。各パネルの評価結果はそのまま解析に供した。

2.4 統計解析方法

統計解析は Microsoft Excel 2016 及び R (version 3.5.3, <https://www.r-project.org/>) を用いた。

* 高知県酒造組合

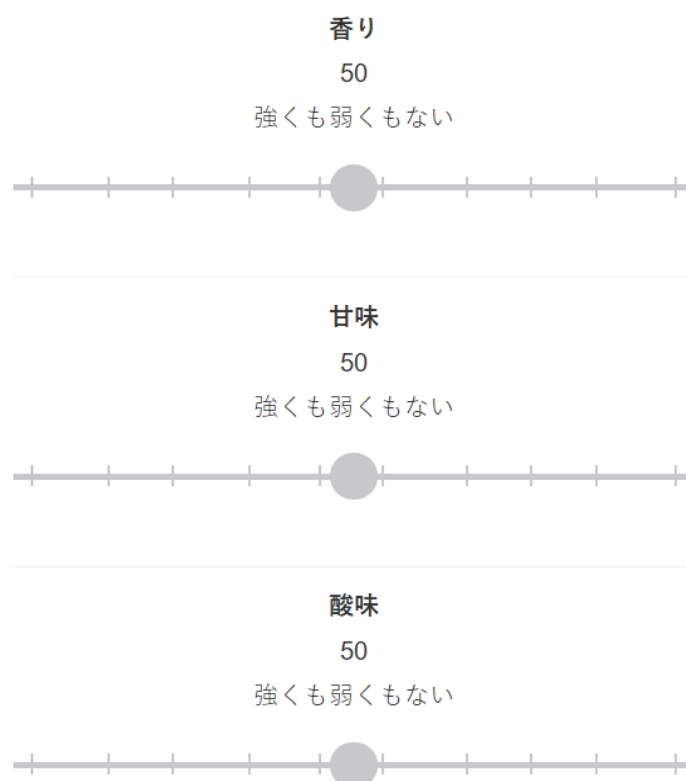


図1 デジタルデバイスを用いたLAM尺度法の例
項目の下の数値及びラベルはスライドバーを任意の位置に動かすことで変化する

表1 化学分析の結果 (n=147)

	mean	S.D.	min	max	cv
水溶性成分					
酸度	1.63 ± 0.24	0.24	1.10	3.16	0.15
アミノ酸度	0.95 ± 0.24	0.24	0.53	1.67	0.25
glucose	1.69 ± 0.87	0.87	0.37	3.93	0.51
香気成分					
AA	24.22 ± 8.29	8.29	1.10	47.00	0.34
EtAc	67.21 ± 18.97	18.97	18.60	109.30	0.28
nPrOH	48.21 ± 11.60	11.60	23.80	78.80	0.24
iBuOH	43.25 ± 10.68	10.68	23.70	85.70	0.25
iAmAc	2.91 ± 1.54	1.54	0.29	7.70	0.53
iAmOH	122.31 ± 20.15	20.15	78.40	193.40	0.16
EtCapr	3.38 ± 2.97	2.97	0.11	12.85	0.88
EtCapl	0.70 ± 0.42	0.42	0.00	1.82	0.60
Ac	31.40 ± 41.39	41.39	0.00	205.30	1.32
Capr	19.83 ± 20.45	20.45	0.00	129.80	1.03

cv: 変動係数 = 標準偏差(S.D.) / 平均値(mean)

2. 4. 1 品質特性評価と分析値の関係の解析

各パネルの評価結果と化学分析の結果の関係性を確認するために相関係数を算出した。

個々の試料について、各パネルから得られた特徴評価の結果を目的変数、化学分析で得られたデータを標準化したものを説明変数とし、重回帰分析(MRA)

とランダムフォレスト(RF)により回帰分析を行った。得られた回帰モデルの予測精度は、自由度調整済み決定係数(adj R²)で検証した。さらに、重回帰係数とRFの重要度を算出し、目的変数に対して重要度の高い説明変数を特定し、考察を行った。

表2 各パネルの評価結果 (n=147)

P1	mean	±	S.D.	min	max
総合評価	62.2	±	23.6	6	96
香りの強さ	70.6	±	13.7	20	89
甘味の強さ	59.6	±	21.9	13	96
酸味の強さ	66.3	±	14.5	25	100
辛口-甘口	55.4	±	23.3	12	94
淡麗-濃醇	59.3	±	19.1	14	92

P2	mean	±	S.D.	min	max
総合評価	63.4	±	23.6	10	99
香りの強さ	58.6	±	24.6	14	99
甘味の強さ	59.0	±	23.2	19	96
酸味の強さ	66.4	±	16.9	21	100
辛口-甘口	51.6	±	24.4	19	97
淡麗-濃醇	55.5	±	21.9	14	95

P3	mean	±	S.D.	min	max
総合評価	57.2	±	16.7	21	95
香りの強さ	63.0	±	7.3	41	85
甘味の強さ	55.4	±	6.9	34	77
酸味の強さ	51.0	±	4.1	47	81
辛口-甘口	53.1	±	8.5	30	79
淡麗-濃醇	51.6	±	10.2	25	75

P4	mean	±	S.D.	min	max
総合評価	53.5	±	12.7	20	78
香りの強さ	57.9	±	6.4	29	72
甘味の強さ	57.8	±	11.6	11	73
酸味の強さ	59.4	±	11.9	28	78
辛口-甘口	58.0	±	11.8	13	73
淡麗-濃醇	35.8	±	7.8	20	90

P5	mean	±	S.D.	min	max
総合評価	62.4	±	13.6	23	88
香りの強さ	58.6	±	15.9	17	95
甘味の強さ	58.6	±	13.0	15	85
酸味の強さ	61.2	±	9.1	25	85
辛口-甘口	58.7	±	10.5	35	85
淡麗-濃醇	53.8	±	10.7	15	85

P6	mean	±	S.D.	min	max
総合評価	60.6	±	18.4	15	90
香りの強さ	64.2	±	8.4	36	84
甘味の強さ	53.7	±	12.4	24	72
酸味の強さ	65.9	±	9.7	16	98
辛口-甘口	47.3	±	15.1	22	83
淡麗-濃醇	41.4	±	13.6	22	89

P7	mean	±	S.D.	min	max
総合評価	59.9	±	15.5	21	89
香りの強さ	64.0	±	12.5	20	90
甘味の強さ	62.7	±	8.8	36	85
酸味の強さ	61.7	±	8.3	10	77
辛口-甘口	55.6	±	14.5	25	88
淡麗-濃醇	56.2	±	12.5	20	89

P8	mean	±	S.D.	min	max
総合評価	50.6	±	17.3	12	100
香りの強さ	52.6	±	14.6	31	97
甘味の強さ	51.9	±	12.0	25	94
酸味の強さ	56.6	±	9.3	31	72
辛口-甘口	51.4	±	12.9	28	100
淡麗-濃醇	50.0	±	14.2	25	97

P9	mean	±	S.D.	min	max
総合評価	52.2	±	18.7	8	86
香りの強さ	65.7	±	12.6	33	94
甘味の強さ	54.8	±	11.5	15	81
酸味の強さ	55.3	±	8.8	34	76
辛口-甘口	50.5	±	11.7	19	81
淡麗-濃醇	54.5	±	9.0	33	73

P10	mean	±	S.D.	min	max
総合評価	61.3	±	20.6	20	94
香りの強さ	65.3	±	13.0	20	86
甘味の強さ	55.9	±	15.1	20	88
酸味の強さ	62.1	±	9.2	35	80
辛口-甘口	54.3	±	15.0	25	88
淡麗-濃醇	57.0	±	12.7	25	82

P11	mean	±	S.D.	min	max
総合評価	59.2	±	19.0	5	95
香りの強さ	57.6	±	13.5	18	84
甘味の強さ	59.2	±	13.8	27	82
酸味の強さ	56.8	±	13.3	27	83
辛口-甘口	48.2	±	15.9	25	82
淡麗-濃醇	43.8	±	18.9	11	91

P12	mean	±	S.D.	min	max
総合評価	47.7	±	24.3	2	90
香りの強さ	59.7	±	12.5	25	89
甘味の強さ	52.2	±	18.8	10	84
酸味の強さ	44.8	±	21.6	9	88
辛口-甘口	46.9	±	15.3	14	88
淡麗-濃醇	46.4	±	20.2	3	86

P13	mean	±	S.D.	min	max
総合評価	52.5	±	14.0	30	76
香りの強さ	50.5	±	15.1	24	98
甘味の強さ	50.4	±	14.7	23	96
酸味の強さ	48.0	±	13.2	19	77
辛口-甘口	47.5	±	7.3	13	89
淡麗-濃醇	47.9	±	9.9	28	97

P15	mean	±	S.D.	min	max
総合評価	55.7	±	18.5	20	84
香りの強さ	60.2	±	11.7	21	80
甘味の強さ	58.0	±	10.2	20	75
酸味の強さ	56.0	±	9.9	30	82
辛口-甘口	55.7	±	11.7	30	89
淡麗-濃醇	53.0	±	10.5	20	69

P14	mean	±	S.D.	min	max
総合評価	60.2	±	14.3	13	77
香りの強さ	61.7	±	7.5	41	92
甘味の強さ	49.6	±	12.0	3	80
酸味の強さ	57.2	±	8.6	34	81
辛口-甘口	43.0	±	15.6	9	80
淡麗-濃醇	47.5	±	8.5	21	71

P16	mean	±	S.D.	min	max
総合評価	56.5	±	20.8	9	85
香りの強さ	66.4	±	17.1	20	90
甘味の強さ	40.9	±	20.8	13	82
酸味の強さ	64.1	±	12.8	19	82
辛口-甘口	41.3	±	18.4	14	83
淡麗-濃醇	57.2	±	16.6	19	84

3 結果及び考察

3. 1 試料の特徴

試料の特徴として、化学分析の結果を表 1 に示す。純米系を中心に試料としたため、各評価項目の最小値と最大値の差が大きく、幅広い試料群であることが分かる。また、各分析項目の変動係数(cv)も大きい。カプロン酸エチル(EtCapr)は cv:0.88、カプロン酸(Capr)は cv:1.03、酢酸イソアミルは cv:0.53 と香気成分の変動係数が大きく、香りの種類についても幅が広い試料群であることが分かる。

3. 2 官能評価結果の解析

3. 2. 1 評価結果の概要

各パネル(P1~P16)の評価結果の概要を表 2 に示す。LAM 尺度法での評価はパネルの感覚に大きく左右されやすいため、平均値、標準偏差、値の上限、下限が大きく異なる。そのため、全員の評価結果を平均して解析してしまうとデータの特徴を大きく損なう可能性がある。比例尺度データを得ることができるのが LAM 尺度法でのメリットの一つではあるが、パネルのトレーニングや適切な解析手法の検討が大きな課題である。本報告では各パネルの評価結果をそのまま解析に供した。

3. 3 甘味の評価結果と分析値との関係

3. 3. 1 甘味の評価結果と分析値の相関

各パネルの甘味の強さの評価結果と化学分析の結果との相関係数を表 3 に示す。また、グルコース濃度順に並べた試料に対する各パネルの甘味の強さの評価結果を図 2 に示す。甘味の強さはグルコース

濃度と相関が高いと考えられる。実際にパネル 16 名のうち 13 名が 0.4 以上、8 名が 0.6 以上という結果であった。香気成分では EtCapr、Capr において相関係数の高いパネルが多かった。

3. 3. 2 甘味の評価結果の回帰分析

各パネルの甘味の評価結果を目的変数、化学分析の結果を説明変数とし、重回帰分析と RF によって回帰分析をした結果、得られた回帰モデルのフィッティングの度合いを自由度調整済み決定係数で表したものを表 4 に示す。重回帰分析の自由度調整済み決定係数が低いパネルが見られた。これらのパネルは今回の分析データでは表現しづらい評価傾向のパネルということになる。重回帰分析における自由度調整済み決定係数が低くなった原因としては、分析項目不足や評価者の「甘味」の定義が異なる、うまく評価できていないなどの可能性が考えられる。このようにモデルのフィッティングを確認することで、以降の評価傾向の解析に組み込むかを判断することができる。

3. 3. 3 各パネルの甘味の評価傾向の可視化

MRA の結果得られた重回帰係数を表 5 に示す。また、RF の結果得られた重要度を表 6 に示す。これらの値は各パネルの甘みの強さの評価に各分析値で表される成分がどの程度寄与しているかを表す指標である。これらの指標を分析値ごとに組み合わせたものを図 3 に示す。あくまでも今回のパネルにおける評価傾向ではあるが、例えば甘味の評価への影響は、水溶性成分では酸度よりもアミノ酸度の方が影響が

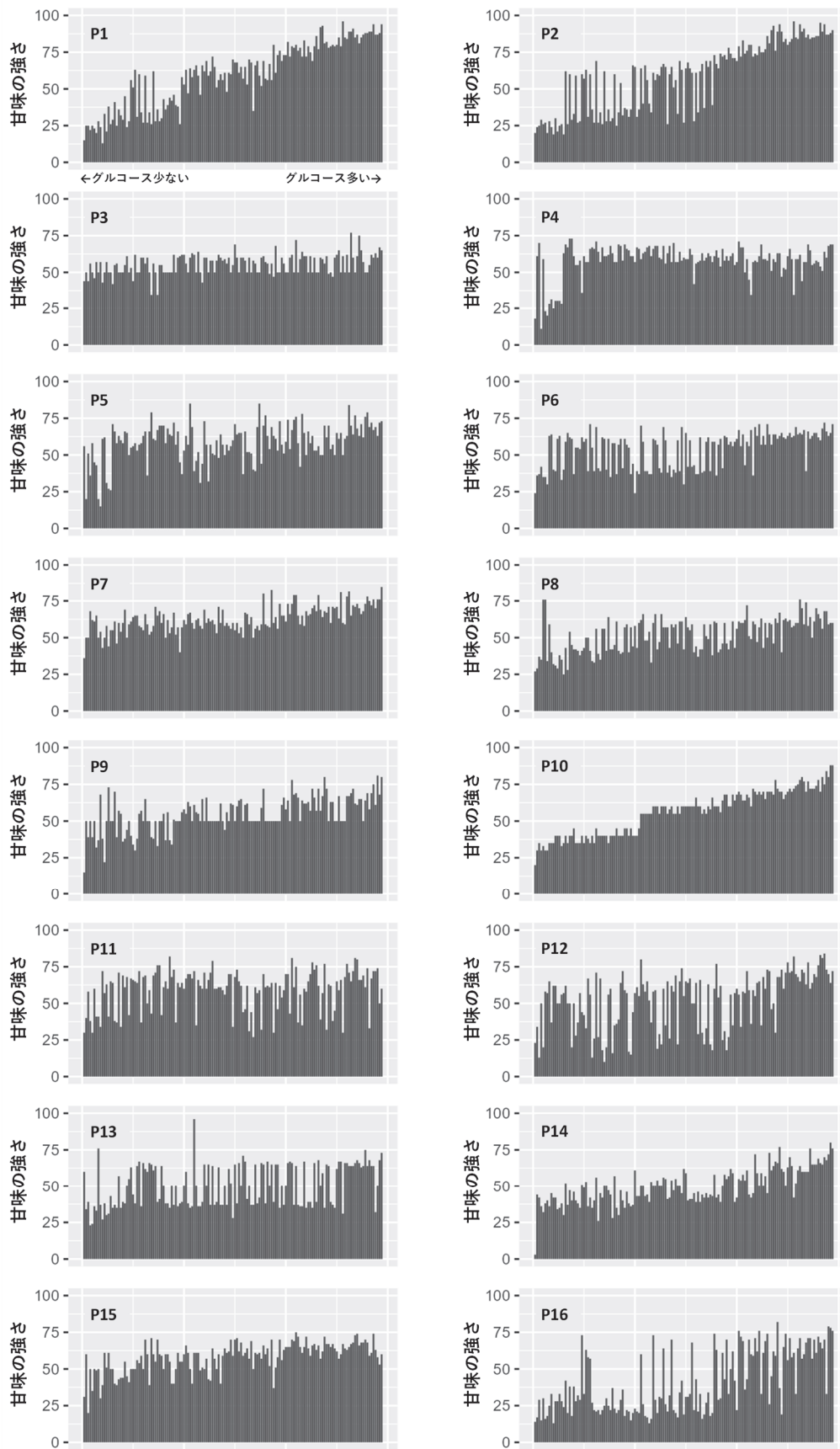


図2 グルコース濃度順に並べた試料に対する各パネルの甘味の強さの評価結果

表3 各パネルの甘味の強さの評価結果と化学分析の結果との相関係数

評価者	酸度	アミノ酸度	glucose	AA	EtAc	nPrOH	iBuOH	iAmAc	iAmOH	EtCapr	EtCapl	Ac	Capr
P1	0.0	0.3	0.9	0.5	-0.2	-0.3	-0.4	0.1	-0.4	0.4	0.3	0.0	0.4
P2	0.0	0.2	0.8	0.4	-0.1	-0.3	-0.4	0.1	-0.4	0.4	0.3	0.0	0.4
P3	-0.2	0.1	0.4	0.2	0.0	-0.2	-0.1	0.1	-0.1	0.1	-0.1	0.1	0.2
P4	-0.1	-0.2	0.2	0.1	0.0	-0.2	-0.2	0.1	-0.3	0.1	0.1	0.0	0.2
P5	-0.1	-0.2	0.4	0.2	-0.1	-0.2	-0.3	0.0	-0.3	0.4	0.4	0.1	0.3
P6	0.1	0.2	0.5	0.2	-0.1	-0.1	-0.1	0.1	-0.1	0.3	0.2	0.0	0.3
P7	-0.1	0.1	0.7	0.3	-0.1	-0.2	-0.3	0.1	-0.3	0.4	0.3	0.0	0.4
P8	0.0	0.0	0.5	0.3	-0.1	-0.3	-0.3	0.1	-0.3	0.4	0.4	0.0	0.4
P9	-0.2	0.1	0.6	0.4	-0.3	-0.4	-0.3	0.0	-0.3	0.4	0.3	0.1	0.4
P10	0.0	0.3	0.9	0.4	-0.2	-0.3	-0.4	0.0	-0.5	0.4	0.3	0.1	0.5
P11	-0.2	-0.2	0.2	0.1	0.0	-0.3	-0.3	0.0	-0.4	0.3	0.3	0.0	0.2
P12	-0.1	-0.1	0.5	0.2	0.0	-0.2	-0.3	0.1	-0.3	0.3	0.4	0.1	0.3
P13	0.0	-0.1	0.3	0.3	0.0	-0.2	-0.2	0.1	-0.3	0.3	0.2	0.1	0.3
P14	0.0	0.2	0.8	0.4	-0.1	-0.2	-0.3	0.2	-0.4	0.4	0.3	0.0	0.4
P15	-0.2	0.1	0.6	0.3	-0.1	-0.2	-0.3	0.1	-0.3	0.3	0.3	0.0	0.3
P16	0.0	0.1	0.7	0.2	-0.1	-0.3	-0.3	0.2	-0.3	0.3	0.1	0.0	0.3

表4 各パネルの自由度調整済み決定係数

	MRA	RF
P1	0.82	0.98
P2	0.77	0.97
P3	0.23	0.93
P4	0.17	0.93
P5	0.31	0.93
P6	0.31	0.93
P7	0.50	0.93
P8	0.36	0.91
P9	0.44	0.93
P10	0.85	0.99
P11	0.31	0.91
P12	0.32	0.92
P13	0.26	0.92
P14	0.66	0.94
P15	0.38	0.93
P16	0.55	0.93

表5 各パネルの甘みの強さの評価結果への説明変数の寄与：重回帰係数

評価者	酸度	アミノ酸度	glucose	AA	EtAc	nPrOH	iBuOH	iAmAc	iAmOH	EtCapr	EtCapl	Ac	Capr
P1	1.9	1.3	17.8	0.8	-3.4	-3.2	1.0	3.4	-1.3	-3.6	3.5	-3.5	-0.1
P2	1.2	0.5	18.3	0.5	-3.3	-3.0	-2.7	4.9	1.9	-3.9	3.1	-3.8	0.8
P3	-1.3	-0.3	2.7	0.4	1.6	-0.4	0.6	-0.5	-0.2	1.6	-2.8	0.1	0.6
P4	0.5	-2.4	1.5	0.3	-1.4	-0.8	7.0	0.3	-8.6	-1.7	0.7	-1.0	1.2
P5	0.7	-3.6	5.0	-0.3	-1.8	-0.2	3.9	0.5	-4.3	2.3	2.0	0.5	-2.3
P6	0.8	-0.5	5.8	0.0	-0.8	0.3	3.7	1.1	-1.8	4.5	-2.2	-0.2	-0.2
P7	-0.4	-1.4	5.5	0.3	-2.1	0.5	-0.7	2.2	0.2	2.1	-0.8	-0.5	-1.3
P8	0.8	-2.1	5.3	0.1	-3.1	-0.5	1.4	2.5	-1.9	0.3	1.8	-1.1	-0.3
P9	-0.6	-1.6	6.1	1.3	-2.9	-1.1	-1.7	1.5	1.3	-1.1	-0.3	-0.9	0.7
P10	0.6	0.5	13.2	-0.4	-2.0	-1.0	-0.6	1.9	-0.5	-1.5	1.6	-0.9	-0.6
P11	-2.4	-0.5	0.3	-0.6	4.0	-1.1	7.0	-2.8	-10.2	5.3	0.4	-2.3	-1.2
P12	-0.2	-2.6	8.7	0.2	2.5	-1.3	-2.8	0.1	2.0	2.6	1.9	-0.3	-1.8
P13	1.3	-4.2	3.4	2.9	-1.7	0.7	4.7	2.5	-5.2	4.4	-2.1	1.1	-0.9
P14	0.4	0.4	7.7	-0.1	1.2	-0.4	4.4	0.7	-5.3	0.4	0.0	-2.5	2.2
P15	-1.6	-0.5	5.0	0.7	-1.3	0.3	-0.1	1.7	-1.2	-1.0	1.0	-1.2	-0.1
P16	1.3	-3.1	14.9	-0.2	-1.8	-3.6	-6.8	5.6	8.1	5.8	-6.1	0.1	-2.6

表6 各パネルの甘味の強さの評価結果への説明変数の寄与：RFの重要度

評価者	酸度	アミノ酸度	glucose	AA	EtAc	nPrOH	iBuOH	iAmAc	iAmOH	EtCapr	EtCapl	Ac	Capr
P1	3	1	100	3	0	3	2	6	0	9	3	6	8
P2	6	2	100	0	0	13	5	7	3	8	8	12	6
P3	10	10	100	0	23	11	24	30	15	49	62	17	10
P4	10	21	100	23	7	17	13	0	31	20	18	13	16
P5	0	76	100	31	26	38	50	39	68	89	54	25	59
P6	3	32	100	0	20	22	9	39	20	38	11	14	28
P7	0	11	100	3	4	19	30	18	20	43	21	17	23
P8	22	14	100	0	12	12	26	17	27	63	36	20	37
P9	19	24	100	42	24	43	27	15	27	41	29	0	69
P10	3	2	100	2	3	2	0	6	2	3	3	0	0
P11	0	43	44	14	11	34	52	10	88	100	26	33	35
P12	0	18	100	19	5	5	28	9	12	24	13	1	9
P13	21	14	100	10	22	12	21	17	43	28	0	2	72
P14	6	7	100	10	3	0	6	10	1	12	3	6	6
P15	3	6	100	12	0	14	6	10	25	20	9	13	26
P16	5	1	100	11	10	6	8	32	8	21	5	0	16

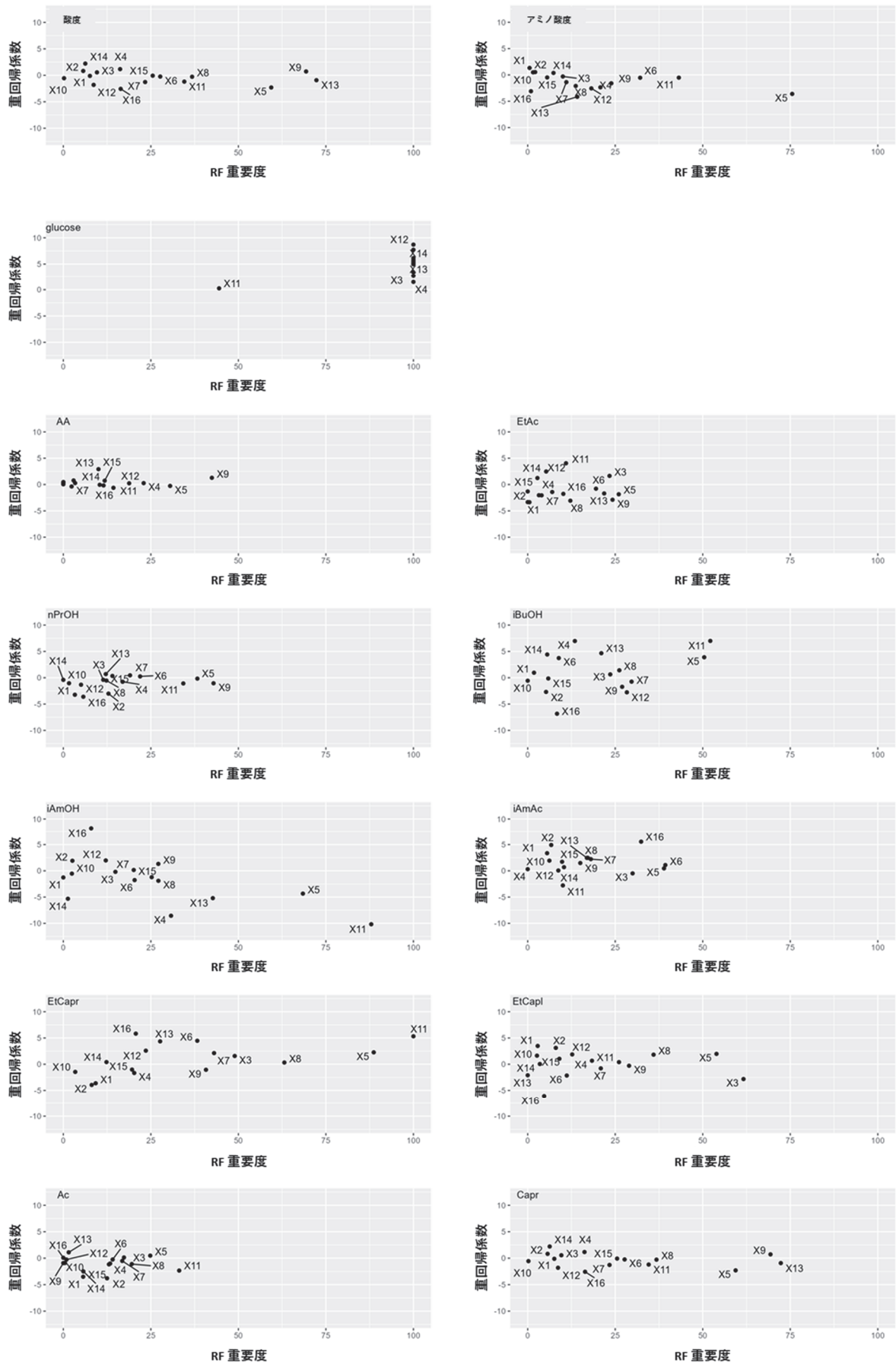


図3 甘味の強さの評価結果に対する説明変数の寄与

大きいことや、iAmAc よりも EtCapr の方が重要度の高いパネルが多いため、大きな影響を受けているパネルが多いが、iAmAc の方は重回帰係数が正の値のパネルが多く、成分量が多いことが甘味が強いという評価につながりやすいことなどが見て取れる。以上により、甘味の評価傾向を可視化することができた。

評価項目を変えて、本報告で示すような解析を適用することで得られる知見によって、より複雑な特徴を有する商品の根拠として活用することができると考えられる。

4 まとめ

甘味に関する評価傾向を可視化することで個人間の評価傾向の差をより明確にすることができた。今後は、より複雑な評価項目についての評価傾向を探ることで特徴的な商品づくりへのデータ活用を進めていく。

参考文献

- 1) 吉沢淑：醸造協会誌、68(1)、(1973)59-61

酒造好適米「土佐麗」の品種特性

甫木嘉朗*¹ 加藤麗奈 赤木浩介*² 坂田雅正*² 加藤翔子*³
糺谷啓仁*³ 内山貴雄*³ 高橋朋*³ 村松久司*⁴ 永田信治*⁴ 上東治彦*⁵

Characteristics of the Rice Cultivar Tosaurara for Sake Brewing

Yoshiro HOKI*¹ Reina KATOH Kousuke AKAGI*² Mototaka SAKATA*² Shoko KATOH*³
Akihito KOUJITANI*³ Takao UCHIYAMA*³ Tomo TAKAHASHI*³ Hisashi MURAMATSU*⁴
Shinji NAGATA*⁴ Haruhiko UEHIGASHI*⁵

高知県が育成した酒造好適米品種「土佐麗」は「風鳴子」の心白の小型化や碎米率の改善を目標として育成した品種である。改善目標の達成を確認するため、「土佐麗」を用いて栽培試験、酒造適性試験、醸造試験を実施した。栽培試験における「土佐麗」の収量性は「風鳴子」対比 112%で高かった。千粒重は「風鳴子」より 0.9g 小さいが、心白率は約 30% 低下し、心白が小型化された。精米試験において、精米歩合 70%の試験では「土佐麗」の碎米率は「風鳴子」よりも高かったが、精米歩合 50%の試験では、碎米率は 4.2%で「風鳴子」の 10.6%より大きく低下し、改善された。小規模醸造試験では、「土佐麗」は酒造適性評価が高かった「風鳴子」と同等の酒造適性を持ち、精米歩合 50%の試験では酸度が高くなる特徴がみられた。以上の結果から、「土佐麗」は「風鳴子」と比較して、心白率、碎米率が改善し、「風鳴子」並の酒造特性を持ち、高知県の栽培環境に合う新たな品種であることが評価された。

(日本醸造協会誌, 第 117 巻, 12 号, P. 855-865)

*1 愛媛大学大学院連合農学研究科

*2 高知県農業技術センター

*3 高知大学大学院総合人間自然科学研究科

*4 高知大学教育研究部総合科学系生命環境医学部門

*5 高知県酒造組合

生産技術課

AI 技術の自動運転台車への適用（第1報）

今西 孝也 中澤 亮太

Application of AI technology to Self-driving Carts (Part 1)

Koya Imanishi Ryota Nakazawa

ライントレースで目的地に向かって移動する自動運転台車について、AI 技術による高精度化を図った。結果として、カメラの画像データを使用し、周囲の物体やラインの状況を把握しながら自律的に運転する台車を開発検討した。

1 目的

AI（人工知能）の活用は注目を浴びているが、技術の不確実性があり、試行錯誤しながら開発を進めていく必要がある。

今回、ライントレースで目的地に向かって移動する台車が確実に活動するために必要な自動運転技術として、下記技術の開発を検討した。

- (1) 日光等が原因でラインの色飛び等が発生し、挙動がおかしくなる対処技術
- (2) 正しい経路から外れた場合（ルート外れ）は、ライン上に自動復帰する技術
- (3) 動的に変化する環境の中で安定に自動運転台車が自己位置を認識する技術
- (4) 自動運転台車が周囲環境のセンシング結果を使用して地図を生成する技術
- (5) 障害物との衝突を回避しながら安全に走行する技術

本研究では、開発した自動運転台車に画像分析 AI プログラムを搭載し、実証実験を行った。実証実験では、画像分析 AI プログラムと試作台車用の AI プログラムで、画像認識方法などを変えながら、GPU の様子、精度、判定速度などから自動運転性能を評価した。

試作台車用の AI プログラム（Jetson マイコン：GPU 対応）は、テスト用に開発したプログラムで、“人と物体の回避”、“事前訓練した既存データからの転移学習”、“物体検知”などの実験を行ったものである。実験は、衝突回避走行、ライントレース走行、衝突回避とライントレース走行下の AI プログラムを開発し、実際に台車を動かし、評価した。

2 自動運転台車

実験では、小型 2 輪走行の自動運転台車と中型 4 輪メカナムホイールの自動運転台車（30cm）の 2 台

の台車を使用した。図 1 に二つの自動運転台車を示す。

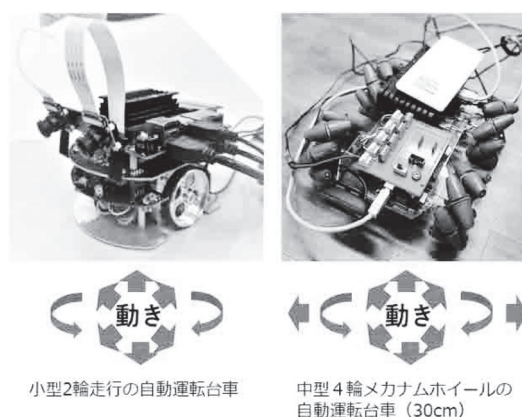


図 1 二つの自動運転台車

2. 1 小型 2 輪走行の自動運転台車

小型 2 輪走行の自動運転台車は、NVIDIA 社製のマイコンボード Jetson Nano をメインボードに採用し、(株)アールティ社の機械学習ができる小型二輪移動ロボットを用いた（図 2）。

2. 2 4 輪メカナムホイールの自動運転台車

中型 4 輪メカナムホイールの自動運転台車は、機械学習用に Jetson Nano、制御基板に Arduino Mega を搭載した、メカナムホイールを使用した全方向移動ができるロボットである。ロボットは衝突回避しながら、テープラインをトレースし目的地に向かって走行する（図 3）。

3 自動運転台車の 3 つのプロセス

AI 技術を適用した自動運転台車のプログラムは、① データ読み込み、② トレーニング、③ 推論の 3 つのプロセスに分かれている（図 4）。

小型PC (GPU付) Jetson

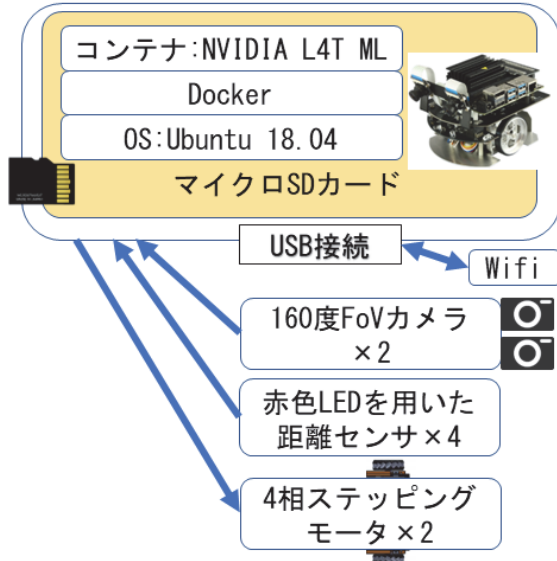


図2 小型2輪走行の自動運転台車

小型PC (GPU付) Jetson

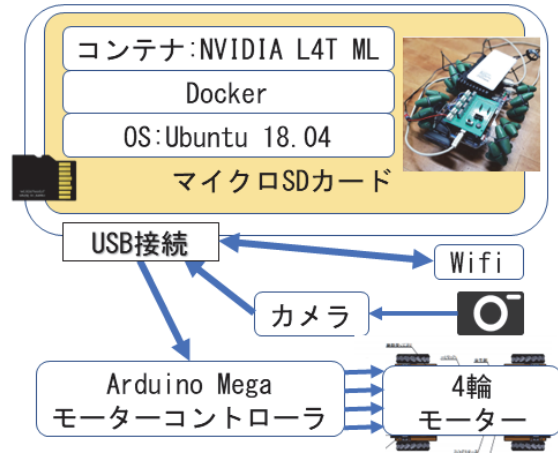


図3 4輪メカナムホイールの自動運転台車

自動運転の実験

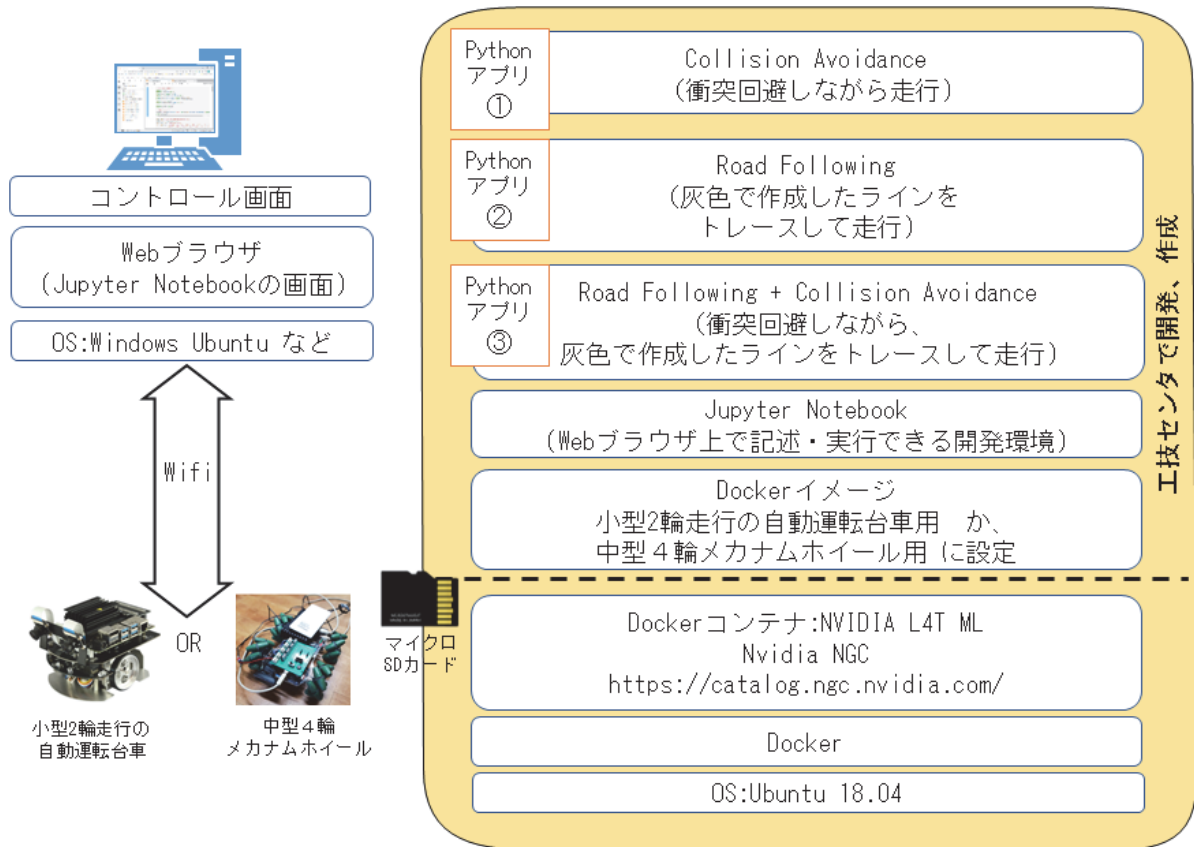


図4 台車用のAIプログラムの構成

① データ読み込み

まず、実験に使用する画像データを読み込む。今回の実験では 100~200 枚程度のデータを使用しているが、将来的にはデータの量を増やすことが考えられる。データ量が増えると、AI の精度も向上する

と予想される。

② トレーニング

次に、PC などのGPU を使用して、AI の判断を作成する。トレーニングは時間がかかることがある。プ

プログラムのステップ数自体は多くないが、実行時間は、1分から数日までと、時間がかかる。高性能なGPUを使用することが時間の上では重要である。

③ 推論

最後に、自動運転台車に搭載されているGPUを使用して、AIの判断を実際に動作させる。この時、ネットワーク接続(Wi-Fiなど)は、状況のモニター以外には必要ない。

以上のプロセスを繰り返すことで、より高いパフォーマンスを持つ人工知能を作り上げることができる。各プロセスの工程を適切に行い、データの増加や高性能なGPUの利用など、さまざまな改善を検討することが重要である。

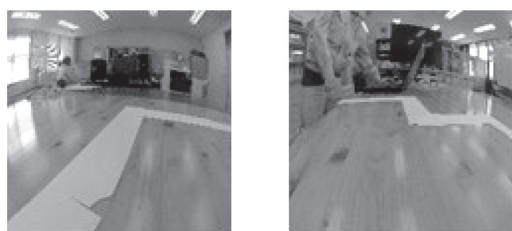
4 自動運転台車の三つのプログラム

自動運転台車の走行方式は、衝突回避走行、ライントレース走行、衝突回避とライントレース走行の三つプログラム(アプリケーション)をPython3で開発した。それぞれは独立したプログラムで、動作が異なっている。

4.1 衝突回避走行(Collision Avoidance)

衝突回避走行(Collision Avoidance)は、自動運転台車が他の物体や障害物と衝突を避けるための技術である。今回、「直進する」と「旋回する」の2つの行動で衝突回避を行った。

まず、画像データの収集を行った。画像データの収集は、収集した約200枚の画像を使用し、「OK」(直進する)と「NG」(旋回する)の2つのカテゴリに分類した(図5)。



「OK」 (直進する) 「NG」 (旋回する)

図5 画像データの二つのカテゴリ

次に、転移学習を使用して、画像データが「OK」か「NG」か、学習を行った。学習は、ImageNetデー

タセットと呼ばれる1400万枚以上のカラー写真からなり、教師ラベルが2万カテゴリ存在するデータセットを使用した。この既存の学習済みモデルを使い、これを転移学習という手法で「OK」と「NG」のカテゴリに適用し、短時間で高い精度のモデルを作成した。

具体的な手順は、収集した「OK」と「NG」の画像データにImageNetの学習済みモデルを組み合わせ、学習を行った。学習回数は30回とし、最高精度の結果を持つモデルを選択した。

最後に、開発した衝突回避を学習したモデルを台車に搭載し自動走行を行った。台車は、約1秒ごとに「台車の先に接続したカメラ画像撮影」と「左右モーターの「OK」(直進する)と「NG」(旋回する)」を繰り返し行ない、自動走行を実現している。

例えば、カメラで撮影された画像に対して、モデルが「OK」が26%、「NG」が74%と判断した場合、台車は旋回動作を行うことになる(図6)。

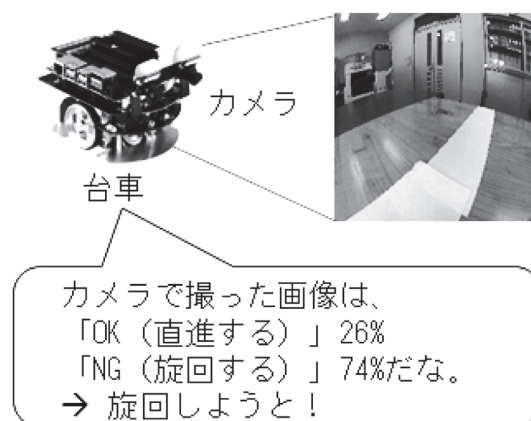


図6 台車の衝突回避走行の例

4.2 ライントレース走行(Road Following)

ライントレース走行(Road Following)は、自動運転台車が床面に描いた経路(ライン)の画像をカメラで読み取り、その経路に沿って自動的に進む技術である。

まず、画像データの収集を行った。画像データの収集は、収集した約200枚の画像を使用した。台車が進む方向を画像データのx軸とy軸の二つの出力として設定した。それぞれの値は[-1.0, 1.0]の範囲であり、float型とした。

具体的な例として、以下のような画像に対してx軸(x = -0.15)とy軸のラベル(y = 0.31)を付与した。

次に、これら約 200 枚の画像を x 軸 y 軸のラベル付き教育データとして転移学習の回帰モデルを構築し、任意の画像の x 軸と y 軸の予測値を得ることとした。この x 軸と y 軸の予測値が台車の進む方向である(図7)。

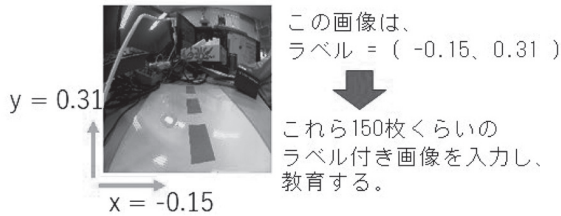


図7 画像データの x 軸と y 軸のラベルの例

予測結果を元に、右モーターと左モーターを制御して台車を進行させた。この制御も転移学習によって行った。

最後に、開発したラインレース走行を学習したモデルを台車に搭載し自動走行を行った。台車は、約1秒ごとに「台車の先に接続したカメラ画像撮影」と「左右モーターのコントロール」を繰り返し行ない、自動走行を実現した(図8)。

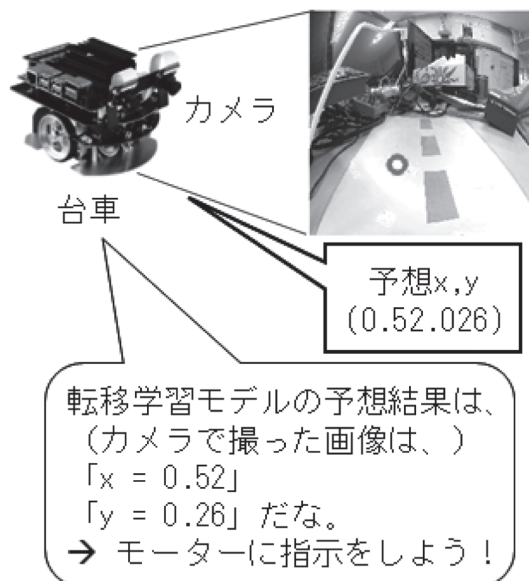


図8 台車のラインレース走行の例

4. 3 衝突回避とラインレース走行

衝突回避しながら、テープで作成したラインをトレースして走行を行った

方式は、台車プログラムが衝突回避走行(Collision Avoidance)とラインレース走行(Road Following)の二つ同時に動いている。二つのプログラムは上記の項目のプログラムである。衝突回避のプログラムは、「NG 旋回する」ではなく「NG

止まる」に変えている。

5 結果

現在、小型2輪走行の自動運転台車は、衝突回避走行、ラインレース走行、衝突回避とラインレース走行の三つプログラムを稼働させ、実証実験中である。中型4輪メカナムホイールの自動運転台車は、三つプログラムの開発の試験段階である。

また、この時点での撮影した画像から運転の指示は数値では評価してなく、感覚的に自動運転ができているものである。

6 まとめ

今後、自動運転台車の大型を図り、AIの自己位置を認識、地図を生成、障害物との衝突回避等を開発するのに、ROS2を調査と導入を実施していく。

また、画像分析AIプログラムは、“人と物体の回避”、“事前訓練した既存データからの転移学習”、“物体検知”などの研修用などに利用していく予定である。

軽作業用協働ロボットの開発

上田 竜平 中澤 亮太 村井 正徳 毛利 謙作

Development of collaborative robot for light work

Ryuhei UETA Ryota NAKAZAWA Masanori MURAI Kensaku MOHRI

食品加工、農産物出荷工程等における人手不足を補い、生産性向上を目的とした一部の軽作業を担える、人の腕サイズで低可搬重量 (0.5kg 以下) の協働ロボットを試作開発し動作試験を行った。協働ロボットの関節部分となるサーボモータ (以下サーボ) には安価な物を使用し、サーボを固定するアームや、接続部品も安価で手に入りやすい物を選定した。

1 はじめに

県内生産現場では全国に先行する人口減少、少子高齢化による人手不足で、機械による自動化のニーズが高まる傾向にある。

人手を補う方法として、産業用ロボットの導入が考えられ、近年防護柵なしで動かせる協働ロボットが注目されているが、可搬重量3kgと軽作業にはオーバースペックで高価なため、コスト面でハードルが高く、県内現場への導入は進んでいない。

人のように器用かつ臨機応変に作業ができるロボットは、技術的に極めて困難で、現状存在しないが、単純作業を行うロボットは普及が進んでいる。ラジコン用のサーボが、教育やホビー用ロボットに利用されだし、小型高出力の機種が増えている。また、オープンソースの制御ソフトも複数存在し、ロボット開発のハードルが下がりつつある。

そこで本研究では安価なサーボを使用し、可搬重量の低い軽作業を行える協働ロボットの開発を行った。

2 試作1台目 (以下1台目)

2.1 1台目の本体

図1(a)に3DCADで設計した3Dデータ、図1(b)に製作したロボット本体を示す。1台目では500ml (0.5kg) のペットボトルを目標対象物とし、基本的な動作であるピック&プレイスができることを目標に開発した。サーボにはRobotis社のXM540-W270-T、XM430-W350-Tを各2個、XL-430-W250-Tを1個使用し5軸とした。ハンドの開閉にはXL-430-W250-Tを1個使用した。また、アームにはアルミ合金製の丸パイプを使用し、アームとサーボをつなぐ接続部品にはアルミ合金製の板を使用した。

2.2 1台目の制御プログラム

ソフトウェアはRobotis社が提供している「R+Task 3.0」を使用し、ダイレクトティーチングにてプログラムを作成し、同社のマイコンボード「OpenCM9.04-X」経由で、サーボを制御し動作試験を行った。

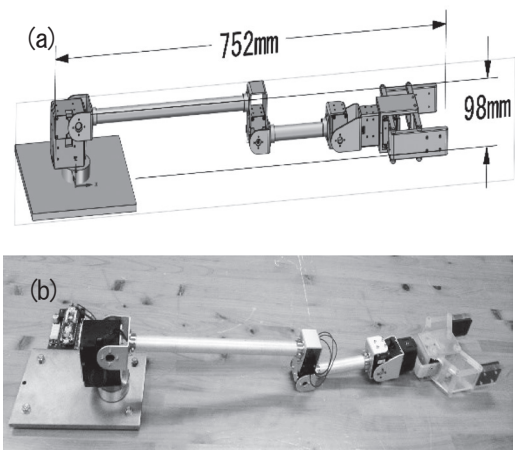


図1 試作1台目

(a)1台目の3Dデータ(b)1台目の実機

2.3 1台目の動作試験

図2に動作試験の様子を示す。1台目の動作試験を行った結果、把持した後に持ち上げる動作をするとサーボがオーバーロードし停止することがあった。加速によりトルク不足となったことが原因と考えられた。先端部のアームを短くすることでトルク不足は解消でき500ml (0.5kg) のペットボトルのピック&プレイスの動作はできることを確認した。しかしながら、目視でも確認できるほどアームの接合部分ががたつきがあった。本体及びハンドの軽量化、接合部分のがたつき削減が課題となった。

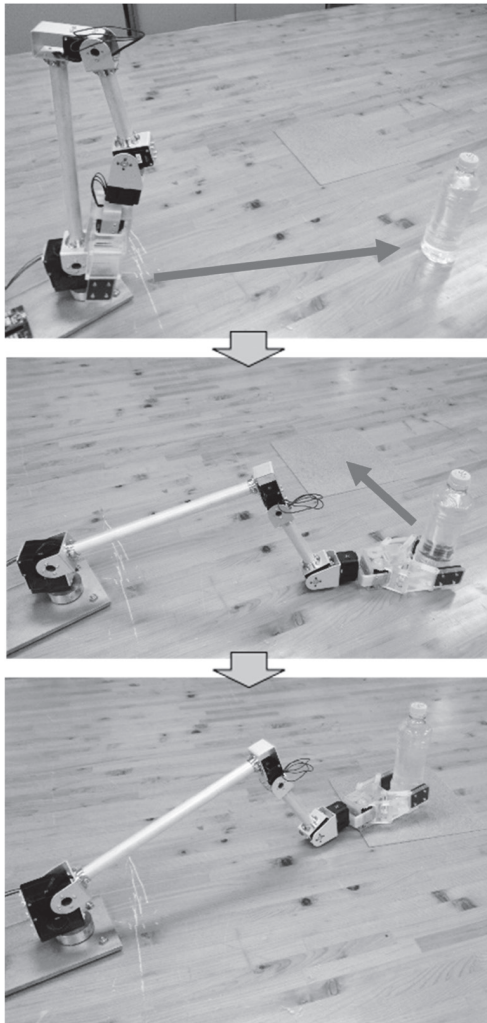


図2 1台目の動作試験の様子

3 試作2台目（以下2台目）

図3(a)に3DCADで設計した3Dデータ、図3(b)に製作したロボット本体を示す。1台目で生じていたがたつき改善とサーボのトルク不足解消のため、設計変更を行い、固定方法を改善した。サーボは1台目と同一の物を使用した。各サーボをつなぐアームと接続部品については、トルク不足解消のため1台目のアームではアルミ合金製の丸パイプを使用していたが、2台目では1台目より軽量なアルミ合金製の角パイプへ変更した。また、がたつき改善のため接続部品は固定方法を見直し、形状変更を行った。また、目標対象物も軽量な物（竹ブラシの柄）とすることでオーバーロードを起こさず動作試験が行えるようにした。

4 シミュレーションによる動作計画

シミュレーションを行うメリットは、動作計画に不具合があった場合でも、シミュレーションならば破損や故障するものはないため、安全に開発を進め

ることができることである。本研究では、ロボットアームの動作計画において、パーツ同士の干渉の有無を確認するためのツールとして、シミュレーション環境の開発を行った。

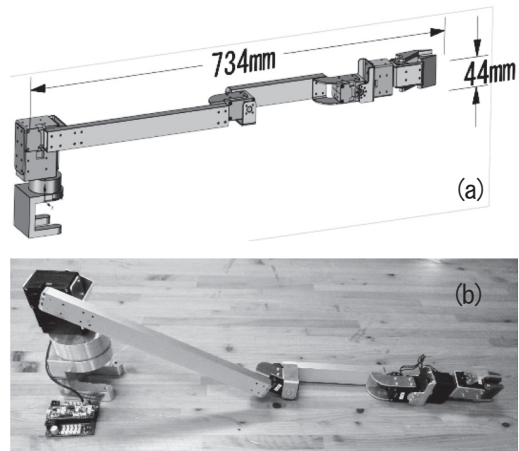


図3 試作2台目

(a)2台目の3Dデータ、(b)2台目の実機

4.1 シミュレーションソフト

シミュレーションを行うソフトウェアとして、国立研究開発法人産業技術総合研究所によって開発され、オープンソースソフトウェアとして一般にも公開されているChoreonoid¹⁾を用いる。Choreonoidはロボットの動作シミュレーションの結果を3DCGによるアニメーションによって可視化することができ、ロボットの姿勢の変更もグラフィックと連動したインターフェースで行うことができる。

4.2 モデル作成

Choreonoid上でロボットアームを表現するためにURDF (Unified Robot Description Format) ファイルを作成した。URDFファイルはロボットの構造を記述するためのフォーマットであり、3Dのメッシュデータを読み込んで、ロボットを表示することができる。2台目の3DデータをSTLファイルで用意し、ロボットアームをモデル化したものを図4に示す。

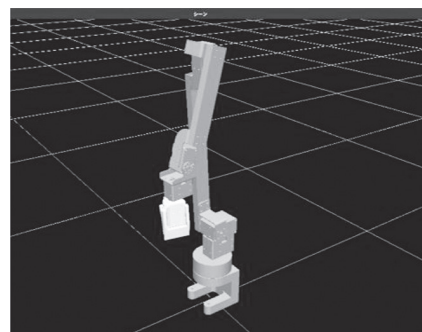


図4 シミュレーションモデル

4.3 動作計画の作成

図5にChoreonoidを用いて作成したロボットアームの動作の一例を示す。ロボットアームの動きの元になる複数の姿勢(キーポーズ)をその姿勢がとるべきタイミングとセットで設定することにより、動作計画を作成している。また、キーポーズ間の動きはそれらを補完した軌道として生成されており、3DCGによるアニメーションによって軌道を確認す

ることができる。

キーポーズにおいてパーツ同士の干渉がある場合には、グラフィック上で干渉検出の表示があるため、干渉を避けるように各関節角度の修正を行った。本研究では、シミュレーションを行った動作計画の各関節角度の情報をもとにして制御プログラムの開発を行っている。

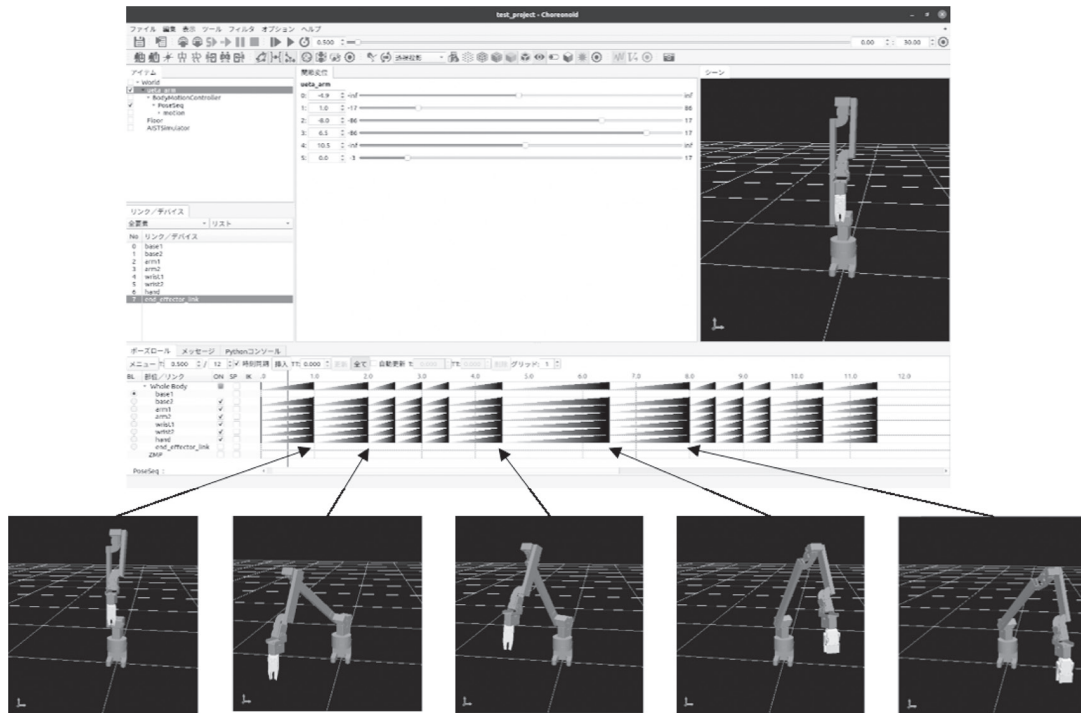


図5 Choreonoidを用いて作成した試作ロボットアームの動作計画

5 制御プログラムの開発

5.1 システム構成

図6に本システムの構成を示す。制御を行うマイコンボードには「OpenCM9.04」と拡張ボードの「OpenCM485 Expansion Board」を採用し、開発環境にはArduino IDEを利用した。開発時には、Arduino IDEをインストールした開発用PCとOpenCM9.04をUSB接続し、プログラムの書き込みを行い、動作試験時には、OpenCM9.04と試作ロボットアームのみで動作する構成となっている。

5.2 フローチャート

図7に本研究で開発したプログラムのフローチャートを示す。電源投入後、試作ロボットアームは初期位置に移動し、OpenCM485 Expansion Boardに搭載されているボタンの入力待ち状態となる。その後、ボタンの入力を受け取ると、あらかじめ登録してお

いたモーションを再生し、再びボタンの入力待ち状態となる。登録しているモーションは、シミュレーションによって得られた各関節角度の情報から、サーボモータに渡す指令値を生成し、サーボモータの位置制御を行うことによって動作している。

6 動作試験

2台目の動作試験ではピック&プレイスができるか、1台目で確認できたがたつきやオーバーロードなどの不具合がないか、繰り返しの動作が可能か確認を行った。図8に動作試験の様子を示す。

2台目の動作試験を行った結果、アームと接合部分にがたつきはなく、サーボ自体のがたつき以外は確認できなかった。2台目は本体及びハンドを軽量化したことや、目標対象物が軽いこともあり、サーボがオーバーロードすることなく実験中に動作が止まることはなかった。同一の動作内容を複数回繰り返

返し確認した結果、途中で止まるなどの問題もなく動作を終了することができた。逆方向の動作も問題なく終了することができた。

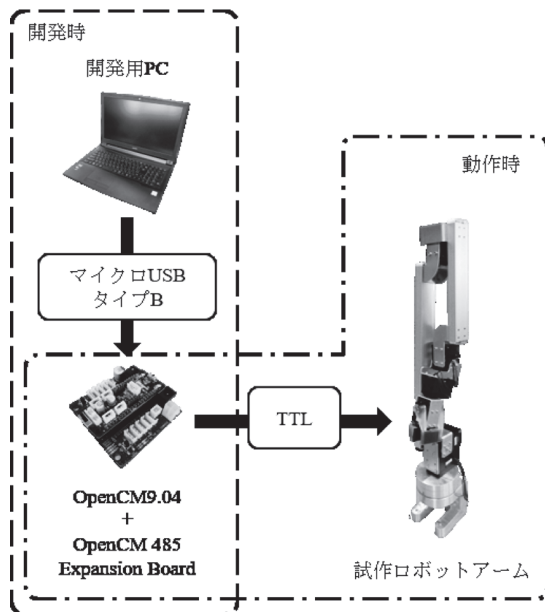


図6 システム構成

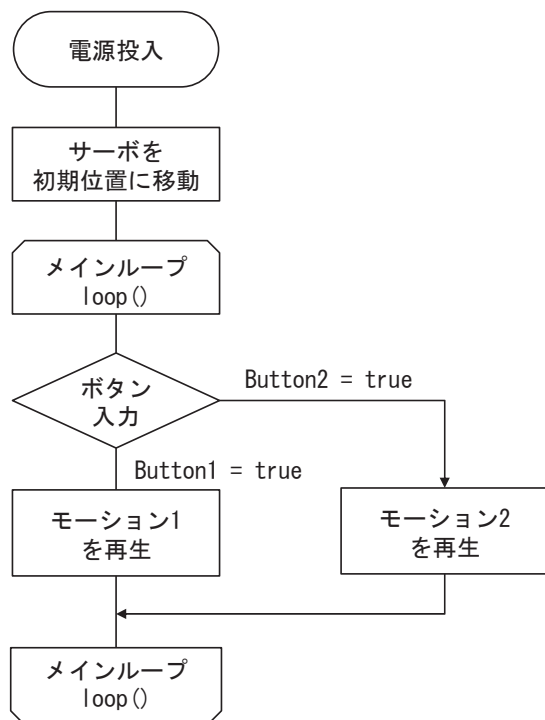


図7 フローチャート

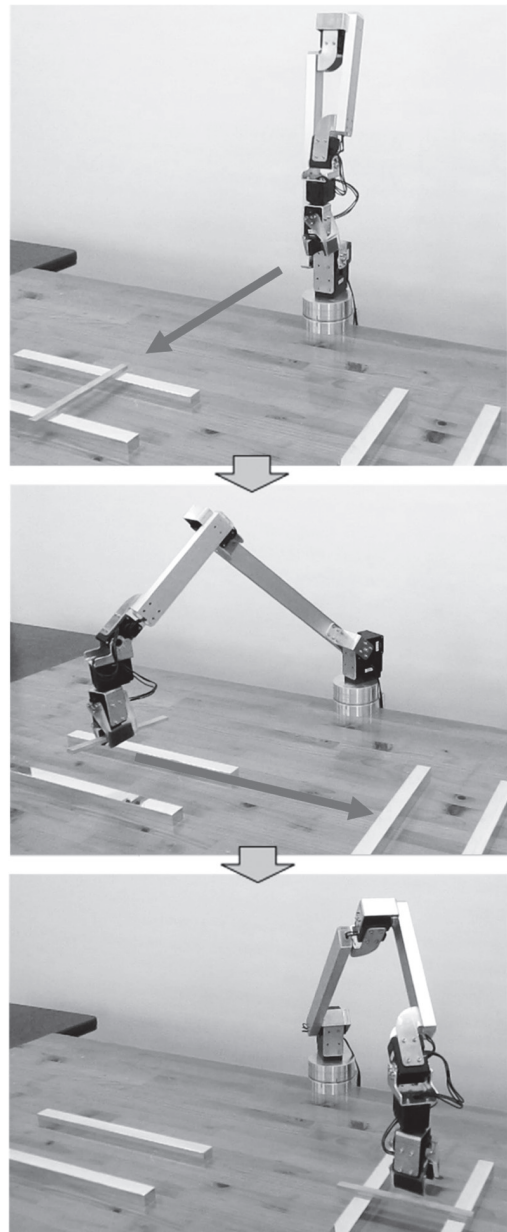


図8 2台目の動作試験の様子

7 まとめ

可搬重量の低い軽作業用の協働ロボットを開発することができた。サーボ自体のがたつきがあるため精密な作業には不向きであるが、ロボットの目となるカメラやセンサーなどと組み合わせることで、箱詰めなどの単純繰り返し作業に使える可能性が示唆された。今回、人と接触した際に停止するなど、人がけがをしないような安全面での設計及び検証ができていないため、今後の課題となっている。

参考文献

- 1) 中岡慎一郎:「拡張可能なロボット用統合 GUI 環境 Choreonoid」、日本ロボット学会誌、Vol. 31、No. 3、(2013) 12-17

工作機械の稼働状況をモニタリングするシステムの試作開発（第2報）

現場実証の課題を受けたシステムの改良と県内企業での実運用事例

島内 良章 中澤 亮太 保科 公彦

Prototype Development of Monitoring System for Load Operation Status of Machine Tools (Part 2)

A System Improvement For Problems, Application Case Of Some Company

Yoshiaki SHIMANOUCHI Ryota NAKAZAWA Kimihiko HOSHINA

当センターで試作開発したシステムの実証事例を他の県内企業にも広げるために、実証で直面した課題についてシステムの改良を行った。これまでは、機械の稼働状態を外部へ示すパトランプへの光センサの取付け、データ収集用に機械周りでの商用電源の取得といった理想的な条件を対象としていたため実証場所に制約があった。ここでは、省電力の無線通信を用いて、乾電池で動作するIoTデバイスへと改良し、機械の負荷電流を計測することで、工作機械の稼働状況をモニタリングした。ある県内企業で実証試験を行い、企業による有用性を確認した後に、運用の目処を立てることができた。

1 はじめに

前報に引き続き、当センターでは、県内企業へのIoT、デジタル技術の普及のために、課題に応じたシステムを試作し、企業での現場実証を通じて、その有用性を企業に判断してもらい、さらなる現場への技術導入につなげる取り組みを行っている¹⁻³⁾。

これまでの実証事例の周知により、関心を持つ県内企業も徐々に現れ、工作機械の稼働率の自動測定との相談が多い。実証を予定していた企業の現場を調査したところ、これまでのシステムでは実証が困難であることが分かった。具体的には、機械の稼働状態を外部へ表示するパトランプがない機械があることや機械の周辺でIoTデバイス用の電源が取れないことから、設置できる環境に制約があった。

そこで、省電力の無線通信技術を活用して、乾電池で動作するIoTデバイス、それに対応したソフトウェアに改良し、機械の負荷電流を計測することで、県内企業の工作機械の稼働時間の測定に取り組んだ。

2 システムの課題と改良

2.1 課題

これまでのシステムは、工作機械のメーカーに依頼せずに、ユーザとなる企業側で導入できる利点がある。これを別の実証先で用いるためには、以下の課題があった。

2.1.1 IoTデバイスの課題

工作機械のパトランプ（稼働状態を示す緑のランプ）に光センサを取り付け、稼働の有無を判定した

が、現場にパトランプがない機械も多い。また、機械周辺で商用電源がない機械もあり、IoTデバイスの電源取得に課題があった。また、サーバとの通信はWi-Fiを用いていたが、間欠動作においても、通信の確立からサーバにデータ登録するまでの消費電力が大きく、数日単位で電池交換を行う必要があった。

2.1.2 サーバの課題

機械の稼働状態を確認するための表示画面を、Webサーバに構築していたが、表示画面のレイアウトなどを変更する際は、プログラムコードを企業側で直接修正する必要があった。

2.2 システム改良

改良したシステムについて、これまでのシステムと比較した主要機器を表1に示す。また、改良したシステムの構成図を図1に示す。IoTデバイスは、工作機械の負荷電流を計測し、中継器、あるいは、サーバに接続した受信機に電流値を送信する。サーバは、受信した電流値をデータベースに登録し、設定したしきい値を上回れば稼働と判定する。そして、生産現場に現在の進捗を周知するために、サーバ内のアプリケーションは、現在の稼働状況や集計した稼働時間を表示し、現場の作業者が目標と実績の差を確認することが可能である。

2.2.1 IoTデバイス

改良したIoTデバイスの外観を図2(a)に示す。IoT

デバイスは、電源として単3乾電池を2本使用し、電流センサ(電圧出力のもの)を接続して使用する。

IoT デバイスは、無線通信モジュールを内蔵したマイコンボードであるモノワイヤレス(株)のTWELITE DIP REDを使用した。中継器及び受信機は、USB 接続タイプのMONOSTICK REDを用いた。同モジュールは、2.4GHz 帯で、IEEE802.15.4に準拠しており、Wi-Fi と比較して低速度ながら、低消費電力、長距離通信が可能でセンサーネットワーク用途のものである。メーカーからデータ収集に必要なプログラムが公開されており、データ収集のために新たにプログラムを作成することなく、端末 ID や無線チャンネル、送信時間等を設定するだけで使用できる。このマイコンボードに合わせ、電流センサの入力回路を実装するために、図2(b)に示すプリント基板を

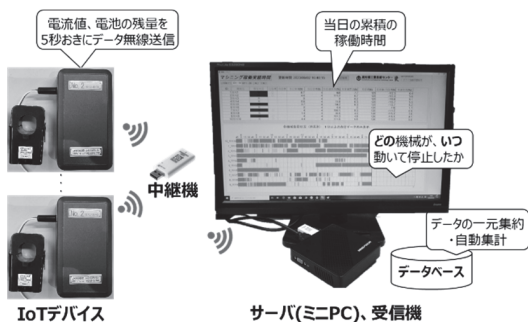


図1 改良したシステム

2.2.2 サーバ

サーバは、これまで構築していたLinux OS のボードコンピュータから、企業でも使い慣れたWindows OS が動作するミニPCに構築した。各機械の稼働状況をモニタリングする画面は、(国研)産業技術総合研究所のMZプラットフォームを用いて、Windows アプリケーションを作成した。同プラットフォームは、GUI 操作でコンポーネントをつなぎ合わせる等、ローコードでプログラム開発ができ、かつ、画面のレイアウトも自由に編集ができる。そのため、運用後の表示レイアウトなど、軽微な修正は企業側でも可能である。

図3に示すモニタリングの画面は、現在の稼働状況、累積の稼働時間の表示に加え、IoT デバイスの設置場所や電池交換のために、データの受信件数、IoT デバイスの電源電圧も表示させている。

3 実証

県内企業の工場にある工作機械4台で、まずは実

証した。実証後の運用を見据えて、企業でも部品実装ができるようにDIP 部品を多く採用している。

表1 使用した主要機器

構成	型式等	
	これまでの構成	本構成
IoT デバイス	マイコンボード (スイッチサイエンス、ESP8266 Developer)	無線マイコンボード (モノワイヤレス、TWELITE DIP RED)
	光センサ (新日本無線(株)、NJL7502L)	電流センサ (ユー・アール・ディー、CTT-24-CLS-CV250)
ネットワーク	Wi-Fi ルータ ((株)バッファロー、WXR-1750DHP2)	中継機、受信機 (モノワイヤレス、MONOSTICK RED)
サーバ	小型コンピュータ (RS コンポーネンツ(株)、Raspberry Pi3 Model B+)	Windows10 インストール済み小型PC (メモリ4GB、インタフェースUSB、HDMI 有り)

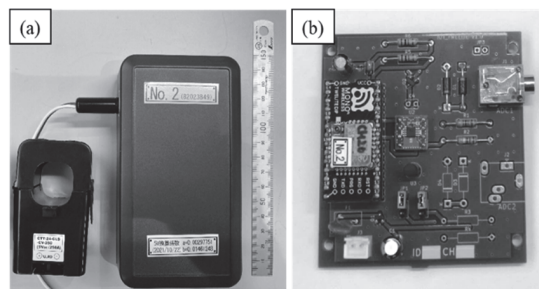


図2 改良したIoT デバイス (a) 外観 (b) 試作した基板



図3 稼働状況をモニタリングする表示画面 (a) 現在の稼働状況を表した画面 (b) 1日の累積稼働時間のトレンド表示

証を行った。図4は、各IoTデバイスと中継機、受信機の位置関係を示す。IoTデバイスの電流センサは、工作機械のインバータに取り付けた。IoTデバイスと受信機との距離は数十メートルで、通信モジュールの仕様上、通信が可能であるはずだが、IoTデバイスを機械の制御盤の中に収めたため、電波が遮られ、データが受信できない時があった。そのため、常時電源を確保できる地点に中継機を設置することで、通信状況が改善した。

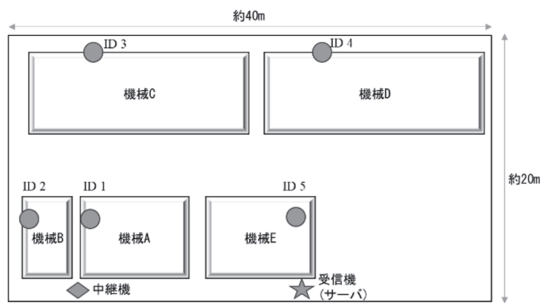


図4 IoTデバイスの位置関係

図5は、試作したIoTデバイスと、市販のデータロガーで測定した、ある機械の1日の電流値のトレンドである。IoTデバイスは、その時点の瞬間の値

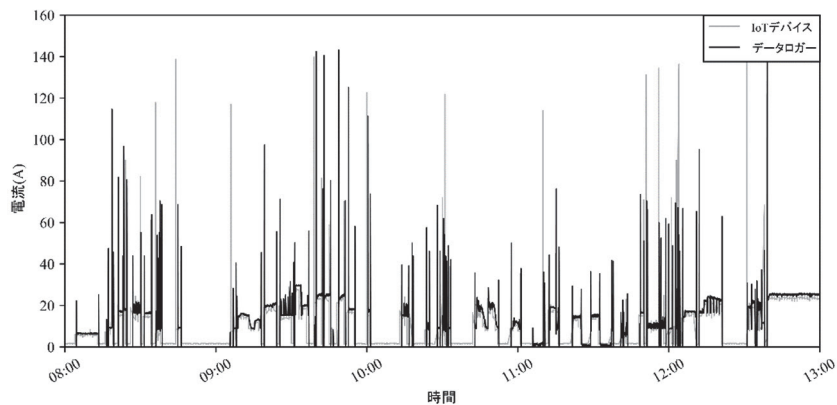


図5 ある一日の機械の負荷電流

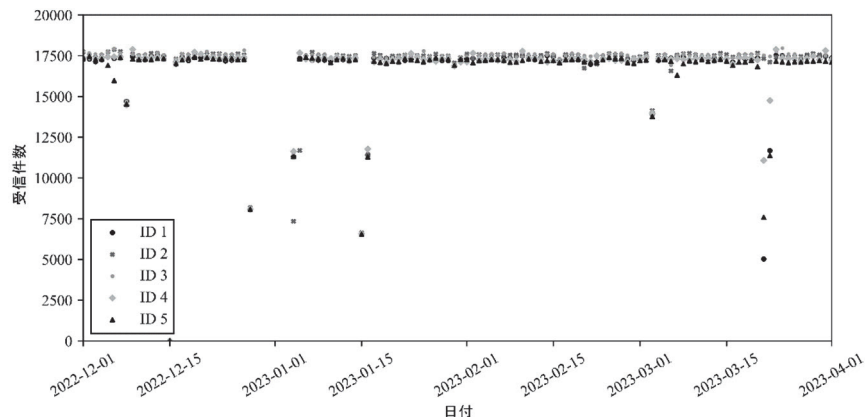


図6 サーバでの受信件数

を計測しているため、内部で平均化処理されたデータロガーの値に比べ、変動が大きい。また、データの収集間隔が異なるため、ピークの値も異なる。機械稼働の判定では、しきい値に設定した電流値 5A を上下する時間タイミングは、ほぼ同じ傾向にあり、稼働時間の収集が可能であることが分かる。

図6は、サーバで受信した各IoTデバイスのデータ件数である。電波干渉を防ぐために、0.5秒の幅で送信間隔(4.5~5.5秒)をランダムにずらしているため、受信件数は一定ではない。

結果より、日によっては受信件数が大幅に低下している。全てのデバイスで受信件数の少ない日は、サーバの電源が落ちていたと考えられる。一方で、一部のデバイスのみが少ない日は、原因が定かとなっていない。事前に行った実験では、机上に十数台のIoTデバイスを並べ、一斉に送信させたところ、中継器、受信器ともに受信できていた。そのため、複数台運用したことによる電波干渉が原因ではなく、IoTデバイスを制御盤に収めたことにより通信強度が元々低く、長期的に運用すると通信が不安定になる期間があったと推測する。

図7は、実証期間中に各IoTデバイスから受信したデバイス自身の電源電圧を示したものである。ID1のデバイスはアルカリ乾電池、ID2は充電電池である。いずれも、実証期間では電池の電圧は動作電圧以上であり、1年以上の間、電池交換せずに運用できることが分かった。

実証先の企業では、現場で手書きしている日報とシステムの集計結果を比較して誤差を確認した。データ収集間隔である5秒未満に機械が稼働する場合（連続したタップ加工作業など）や前述した受信件数の低下の問題もあり、所々で1時間程度の誤差が生じた。一方で、終業後以降にも機械が稼働する自動運転は、日報の記載の場合、機械のメータを確認する翌日以降へ稼働時間が合算されたが、このシステムであれば、時間毎の稼働状況を記録しているため、稼働日に正確に算入できる利点もあった。

以上の結果を踏まえ、企業では、日報時間と正確に一致はしなかったが、日報記載の省力化、リアルタイムでの進捗のフィードバック等の有用性があることから、実証工場へ導入することになった。

図8のように、現在はサーバを社内ネットワークに接続することで、離れた工場の様子をリアルタイムで確認し、共有フォルダへの自動出力のログファイルにより、実績値を社内でも共有している。そして現場には、大型ディスプレイを設置して、リアルタイムに稼働状況を表示することで、現場への意識改革に努めている。日報の集計を省力化することができ、稼働率向上に向けて取り組み始めている段階である。

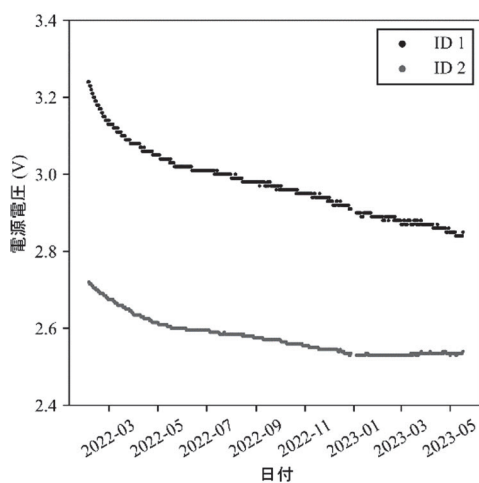


図7 IoT デバイスの電源電圧

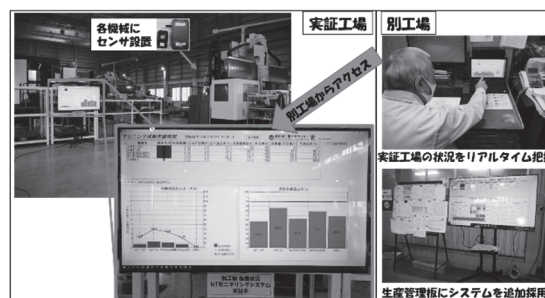


図8 運用風景

4 まとめ

ここでは、工作機械の稼働状況をモニタリングするシステムについて、県内企業での実証の際に課題となった、稼働状態を外部に示すパトランプがない機械、機械周りでデータ収集用に電源が取れない点に関して、電池で動作するIoTデバイスへと改良し、電流センサで計測することで、稼働状況を収集した。サーバについても、企業側で運用ができるようにソフトウェアを改良した。

省電力の無線通信を用いたIoTデバイスは、電池動作でも1年以上動作することが分かった。一方で、データ収集間隔や一時的なデータの受信件数の低下により、日報との誤差もある。そのため、本システムは進捗状況のフィードバック等、現場とのコミュニケーションツールとしての活用が望ましいと考える。

今回、実証した企業では、当センターによる研修等の支援により、システムを自社で製作していただき、十数台の機械がある別工場へ横展開を行い、現在運用している。

謝辞

実証にご協力いただいた企業の皆様に深謝いたします。

参考文献

- 1) 島内良章他：高知県工業技術センター研究報告 No. 52、(2021)14-17
- 2) 島内良章他：2022 研究開発&企業支援成果報告書、No. 18、(2023)32-33
- 3) 島内良章他：2020 研究開発&企業支援成果報告書(2021)、No. 15、(2020)20-2

資源環境課

におい分析のための GC/MS の活用

矢野 雄也 鈴木 大進

Utilization of GC/MS for smell analysis

Yuya YANO Masanobu SUZUKI

におい成分のような微量成分を GC/MS を用いて評価する際の作業効率化のため、測定条件要因及び濃縮前処理手法と得られる結果との関係を系統的に検証した。その結果、ピークの S/N 比に影響を及ぼす要因、ピーク分離に影響を及ぼす要因、第一スクリーニングとして網羅的に捕集濃縮できるツールが把握できた。これにより今後の条件検討時間を大幅に短縮できるとともに、経験値に頼っていたノウハウを改めて顕在化して属人的なばらつきを抑制できるようになった。

加えて、得られた結果の解析を省力化し、客観的裏付けを得るために無料ソフトの活用を検討した結果、その適用の優位性が示唆された。

1 まえがき

嗅覚は人間のもつ五感の一つで、我々を取り巻く環境は「におい」にあふれている。

特に最近では安心安全の意識の高まりから、アロマセラピーや洗剤など香料のいい香りや、食品の異臭やシックハウス症候群の原因の一つとされる新車や住居における残留溶媒などの VOC(揮発性有機化合物)といった不快な臭いなど「におい」に関連した相談や製品が増えている。

例えばコロナウイルス感染防止に伴い、鼻に密着して着用するマスクの異臭クレームや、外食が減り自身で調理したり取り寄せたりする機会が増えたことによる食品の異臭クレームが増加している。

また一方で、閉鎖的な屋内にいる時間が増えたことによる、部屋用消臭剤やルームフレグランスの需要の高まりや、果物などでは特徴的なかおりを活かして差別化・ブランド化する動きなども活発化している。

当センターにも製造、保管時の異臭トラブルや防災製品の消臭機能などにおいに関する相談が寄せられる。その場合、機器分析による客観的データの取得が有効だが、人間の嗅覚は極々低濃度のにおい成分まで感じられるため、評価機器の感度不足により判別できない場合や測定条件検討に莫大な時間を要する 경우가多々生じる。

今回、条件検討及びデータ解析時間の短縮を目的として、評価装置であるガスクロマトグラフ質量分析装置(GC/MS)の測定条件の得られる結果への影響の系統的評価及び、様々なメーカーから販売されている濃縮ツールの比較検討、無料提供されているソ

フトを用いた微小ピークの特定手法の検討を行った。同じく GC/MS を活用される方の一助となれば幸いである。

2 実験方法

2. 1 GC/MS 測定条件の影響

2. 1. 1 検証試料

装置条件検証用の試料として表 1 の試薬を混合し、ヘキサンで各成分が約 10mg/L になるよう希釈調製した(以下、調製液 1 とする)。この時、成分の系統毎に評価するためケトン・アルデヒド、エーテル・エステル、カルボン酸、アルコールのグループに分けて調製した。

また、アルカンの検証には炭化水素混合試料(ジーエルサイエンス社、*n*-C9-40 in *n*-hexane)を用いた。

2. 1. 2 検証装置及び測定条件

GC/MS は表 2 を基本条件とし、検証要因のみ変化させその影響を評価した。

2. 1. 3 分離カラム

調製液 1 及び炭化水素混合試料に対し、表 3 の Agilent Technologies 社カラムを用いて測定した。キャリアガス流量はメーカーの仕様に準じ、内径 0.25mm カラムでは 1mL/分、0.32mm の DB-624 UI では 1.5mL/分とした。

2. 1. 4 注入ロスプリット比

調製液 1 及び炭化水素混合試料に対し、スプリット比 1/20、1/50、1/200 と変え測定した。

2. 1. 5 カラム温度の昇温速度

調製液1及び炭化水素混合試料に対し、カラム温度(40°Cから250°Cの間)の昇温速度を2°C/分、10°C/分、30°C/分と変え測定した。

2. 1. 6 イオン化電流

炭化水素混合試料に対し、イオン化電流を10µA、20µA、50µAと変え測定した。また、マニュアルチューニング機能を用いてPFTBAをイオン源に導入し、m/z 614をモニターしながら、イオン化電流を10~70µAと変化させた。

2. 1. 7 検出器EM電圧

炭化水素混合試料に対し、検出器EM電圧を770V、945V、1170V、1370V、1570Vと変え測定した。また、マニュアルチューニング機能を用いてPFTBAをイオン源に導入し、m/z 614をモニターしながら、EM電圧を300~1200Vと変化させた。

2. 1. 8 サイクルタイム

調製液1及び炭化水素混合試料に対し、サイクルタイム100ミリ秒、500ミリ秒、2000ミリ秒と変え測定した。

表1 調整液1作製に用いた試薬

グループ	No.	試薬
ケトン・アルデヒド	1	1-ブタン
	2	4-メチル-2-ペンタノン
	3	イソ吉草酸アルデヒド
	4	アセトアルデヒド
	5	α-アミルシンナムアルデヒド
エーテル・エステル	1	ジエチルエーテル
	2	アクリル酸メチル
	3	メタクリル酸メチル
	4	酢酸エチル
	5	酢酸イソペンチル
	6	酢酸ブチル
	7	酢酸ベンジル
カルボン酸	1	ギ酸
	2	プロピオン酸
	3	酢酸
	4	イソ吉草酸
	5	イソ酪酸
	6	4-メチル-2-ペンタノン-3-ヘキセン酸
アルコール	1	メタノール
	2	エタノール
	3	1-プロパノール
	4	2-プロパノール
	5	1-ブタノール
	6	2-メチル-1-プロパノール
	7	フェノール
	8	1-ヘキサデカノール

表2 検証装置と基本条件

GC/MS	日本電子製 JMS-Q1500GC
注入口	Split 1/50, 250 °C
キャリアガス	He 1mL/分
カラム	DB-5MS UI
カラム温度	40°C(0.5分)-10°C/分-250°C-20°C/分 -最大許容温度(適宜保持) 最大測定時間 2時間
イオン化方式	EI
イオン化電流	10µA
イオン化エネルギー	70eV
検出器EM電圧	約970V
イオン源、GCITF温度	250°C
測定モード	Scan(アルカン m/z 15~600、その他 m/z 15~220)
質量分解能	1
サイクルタイム	約500ミリ秒
注入量	1µL

表3 検証カラム

カラム	長さ m-内径 mm-膜厚 µm	最大許容温度 °C	極性
DB-1MS UI	30-0.25-0.25	340	無極性
DB-5MS UI	30-0.25-0.25	325	微極性
VF-17ms	30-0.25-0.25	330	中極性
DB-624 UI	30-0.32-1.80	250	中極性
DB-WAX UI	60-0.25-0.25	250	強極性

2. 2 濃縮ツールの比較検討

2. 2. 1 検証試料及び吸着濃縮

メタノールを希釈溶媒として表1の試薬を各成分が約200mg/L(メタノールを除く)になるようすべて混合希釈し、更に超純水で約10mg/Lに調製した(以下、調製液2とする)。

ヘッドスペース用20mLガラスバイアルに調製液2を10mL分取し、PTFE被覆シリコンセプタム栓で密封した。セプタム栓に各濃縮ツールをバイアル内上部約2cmの位置に設置し、50°C湯浴中で35分加熱後、取り出して測定に用いた。比較として、濃縮ツール無しで35分間加熱後のバイアルのヘッドスペースガスをガスタイトシリンジで吸引後、装置に1mL導入した。

測定条件は表2に対し、分離カラムDB-624 UI、注入口条件Splitless、250°C、キャリアガス流量1.5 mL/分、EM電圧1000V、カラム温度40°C(0.5分)-10°C/分-250°C-20°C/分-260°C(20分)とした。

2. 2. 2 Supelco社SPME

表4のSPMEファイバーをGC/MSの注入口を用いて、Heガス雰囲気中でメーカー指定条件のコンディショニングを行い使用した。作業は手動で行った。SPMEファイバーとはフューズドシリカなどのファ

イパー表面に捕集層をコーティングしたもので、使用目的に合わせて種類が豊富である。

表4 検証 SPME ファイバー

識別色	コーティング材	膜厚 μm	主な捕集対象
黄	PDMS	30	無極性、中分子、TVOC
赤	PDMS	100	VOC、低分子
桃	PDMS/DVB	65	VOC、アミン、アミド
青	PDMS/DVB	65	VOC
黒	CAR/PDMS	75	ガス、低分子
空	CAR/PDMS	85	ガス、低分子
灰	DVB/CAR/PDMS	50/30	C3-20、VOC、TVOC
白	ポリアクリレート	85	TVOC

2. 2. 3 ジーエルサイエンス社 MonoTrap

表5のディスク型 MonoTrap を1枚ずつ用いた。MonoTrap とは連続微細孔を持つ高比表面積のシリカゲルであり、表面を ODS 基(C18 基)で化学修飾されている。

吸着取り出し後、DCC18 はジクロロメタン、DSC18 はメタノール各 200 μL で5分間超音波洗浄機を用いて溶出し、GC/MS に1 μL 液打ち導入し測定した。

表5 検証 MonoTrap

型式	活性炭	主な捕集対象
DCC18	含有	網羅的
DSC18	なし	無極性成分

2. 2. 4 フロンティア・ラボ社マジックケミソーパー

表6のマジックケミソーパーをメーカー指定条件でコンディショニングを行い使用した。マジックケミソーパーとは不活性化金属管表面を捕集層で被覆したものである。

加熱脱着はパイロライザー(フロンティア・ラボ社、EGA/PY-3030D)を用い、作業は手動で行った。測定条件は表2に対し、注入口条件スプリット比1/5、分離カラム ultra alloy⁺-50(フロンティア・ラボ社、30-0.25-0.25)、キャリアガス流量1mL/分で行った。

加熱脱着条件は100 $^{\circ}\text{C}$ -40 $^{\circ}\text{C}$ /分-230 $^{\circ}\text{C}$ (3分)とし、試料は加熱完了後、加熱部から取り出した。

また、コールドトラップとしてデュワー瓶に液体窒素を入れ、試料加熱中は注入口出口部分のカラム約1mを液体窒素に含浸させトラップし、加熱完了後直ちに液体窒素から取り出し装置を運転することで導入した。

マジックケミソーパーの比較として2.2.3で使用した MonoTrap を吸着後、破碎し試料カップに入れ、マジックケミソーパーと同条件で測定を行った。

表6 検証マジックケミソーパー

型式	コーティング材	膜厚 μm	主な捕集対象
S500	PDMS	500	無極性
PEG-S	PEG	30	強極性

2. 3 無料提供ソフトを用いた微小ピークの把握 手法の検討

製品中残留溶媒やVOCによる異臭分析を想定し実験を行った。

捕集袋(ジーエルサイエンス社、スマートバッグ PA AB-5)に不織布を入れ、Ar ガス(純度99.99%)約2Lを封入した。捕集袋セプトム部からマイクロシリレンジを用いてトルエン、キシレン試薬を不織布に接触しないよう注意しながら10 μL 添加した。添加成分が蒸散し、不織布に吸着移行するよう一晩放置し、模擬試料とした。

模擬試料を別の捕集袋に移し、Ar ガスを約2L封入し、模擬試料に吸着された成分が捕集袋内の気相に放出拡散するよう一晩放置した。

同様の手順で試薬添加なしの対照試料を作製し、それぞれの気相をガスタイトシリレンジで分取し、GC/MS に1mL 導入し測定を行った。測定回数は統計解析が行えるよう、それぞれ3回とした。

測定条件は表2に対し、注入口条件 Splitless、250 $^{\circ}\text{C}$ 、キャリアガス流量1.5mL/分、分離カラム DB-624 UI、カラム温度40 $^{\circ}\text{C}$ (0.5分)-10 $^{\circ}\text{C}$ /分-250 $^{\circ}\text{C}$ (5分)、スキャン範囲 m/z 29-370、サイクルタイム100ミリ秒、EM 電圧1049V とした。

解析には米国国立標準技術研究所 NIST 製 AMDIS(ver.2.73)及び理化学研究所製 MS-DIAL(ver.4.9)を検討した。両ソフトともにデコンボリューションによるピーク分離検出が可能で、加えて AMDIS はデータベースによるピークの定性解析が、MS-DIAL は主成分分析が可能である。

GC/MS におけるデコンボリューションとは、各 m/z のマスクロマトグラムより、同一の保持時間及び同一の形状を有するピークを一つのマススペクトルとして再構築する作業である。

AMDIS を用いてピーク検出、デコンボリューション、アラインメントを行った。代表的な解析条件を表7に示す。

また、MS-DIAL には日本電子製解析ソフトで netCDF フォーマットに変換した測定データを用い、ベースライン補正、ピーク検出、デコンボリューション、アラインメント、主成分分析を行った。代表的な解析条件を表8に示す。

表 7 AMDIS の解析条件

グループ	パラメータ	設定値
Identif.	minimum match factor	60
	multiple identifications per compound	ON
	only reverse search	OFF
	type of analysis	simple
deconv.	component width	14
	omit m/z	0
	adjacent peak subtraction	two
	resolution	low
	sensitivity	very high
	shape requirements	medium

表 8 MS-DIAL の解析条件

グループ	パラメータ	設定値
peak detection	minimum peak height	3000 amplitude
	smoothing method	linear weighted moving average
	smoothing level	3 scan
	average peak width	20 scan
MS1 Dec	sigma window value	0.5
	EI spectra cut off	10 amplitude
filtering	peak count filter	0%
	N% detected in at least one group	100%
	remove features based on blank information	ON sample average /blank average
	PCA setting	5
	maximum principal component	5
PCA setting	scale method	auto scale
	transform method	log10
	metabolite selection	ref. matched ON suggested ON unknown ON

3 結果

3. 1 GC/MS 測定条件の影響

3. 1. 1 分離カラム

図 1~5 に 5 種類のカラムによる結果の比較を示す。

図 1 のアルカンにおいて、1MS のクロマトグラムに対し 5MS は類似していたが、17ms では各ピークの間隔が狭くなっている。624 は膜厚が厚い分、WAX はカラムが長い分、溶出時間が長く、ピーク幅が広がっている。またカラムの極性が強くなると最大許容温度が低くなり、他のカラムに比べ溶出のために与えられる熱量が少ないことも溶出時間が長くなる要因の一つである。今回、1MS、5MS、17ms では C40 の溶出時間は 40 分未満だったが、2 時間の測定時間中に 624 では C33、WAX では C38 までしか溶出しなかった。

溶出時間が長くなるとピークの分離が良くなるメリットがあるが(高膜厚では特にクロマトグラム初

期の低沸点成分の分離に効果的)、測定時間が長くなると作業性が落ちるため、適したカラムの選択と 3. 1. 3 のカラム昇温速度の最適化が必要となる。

また、624 と WAX はクロマトグラム後半(高温)に液相の脱離によるバックグラウンドの上昇(ブリード)がおこっているため、ブリード部に溶出するピークは S/N 比の低下やマススペクトルの抽出精度低下により解析が困難になることが懸念される。

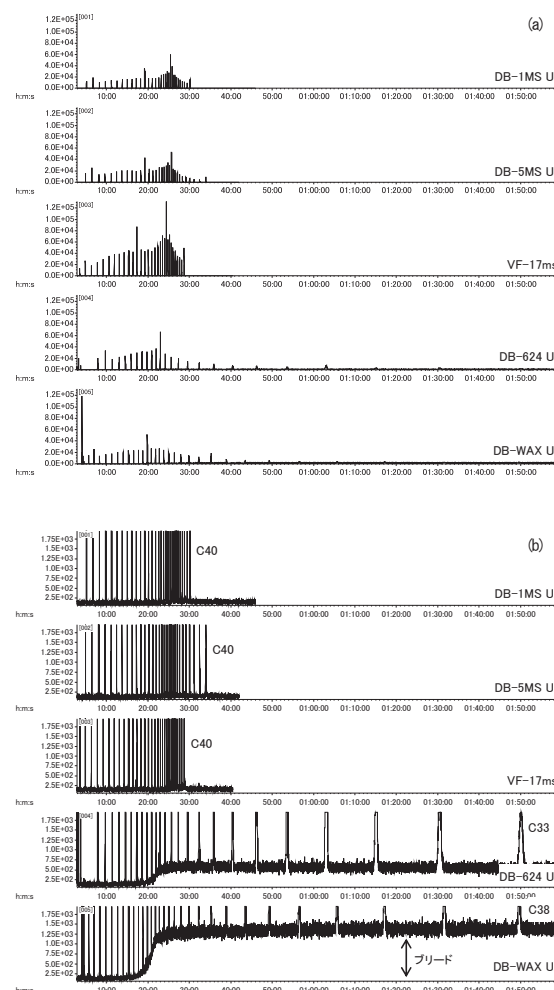


図 1 アルカンのクロマトグラム
(a) 全体像、(b) 拡大像

図 2 のケトン・アルデヒドにおいて、全ての成分を分離判定できたのは 5MS、624、WAX であった。またピーク形状は 624、WAX でアセトアルデヒドがややブロードだがその他の成分は良好で、極性が適していると思われる。

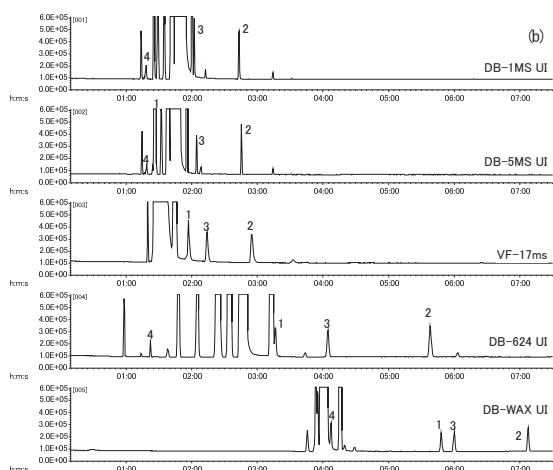
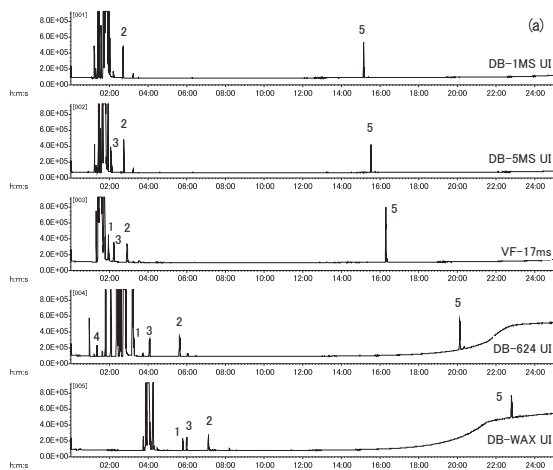


図2 ケトン・アルデヒドのクロマトグラム
(a)全体像、(b)拡大像

図3のエステル・エーテルにおいて、全ての成分を判別できたのは17msであった(ジエチルエーテルはピークが重複しているがマス分離可能)。溶媒ピークなど夾雑成分が多いクロマトグラム初期において分離が良かったのは624、WAXであった。

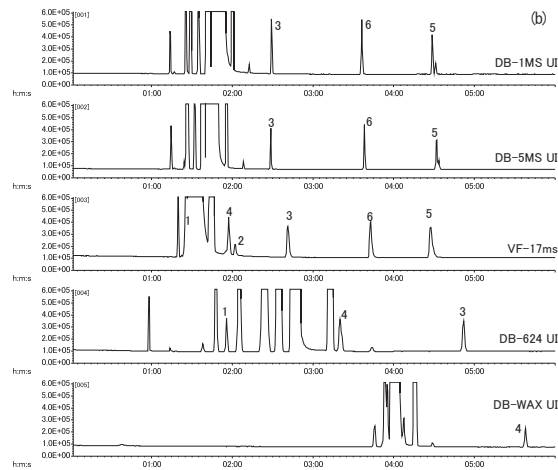
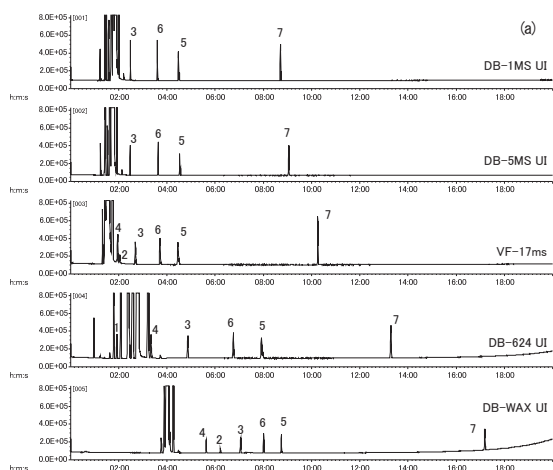
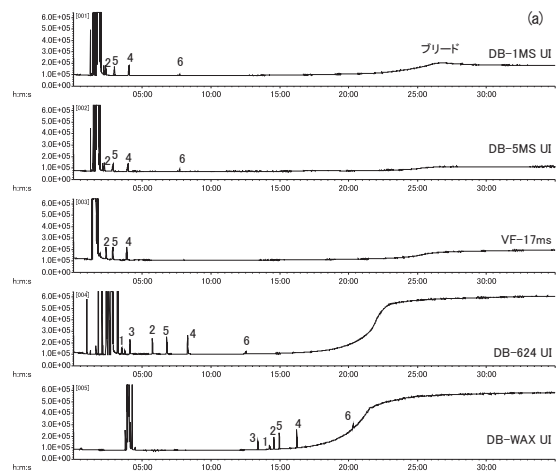


図3 エステル・エーテルのクロマトグラム
(a)全体像、(b)拡大像

図4のカルボン酸において、全ての成分を分離判定できたのは624、WAXで、ピーク形状も良好であった。1MS、5MS、17msでは他の成分グループには見られなかったピークのリーディングやクロマトグラム後半のブリードが明確に見られ、測定成分に対し極性が適しておらず、カラムの劣化が激しいことが分かる。



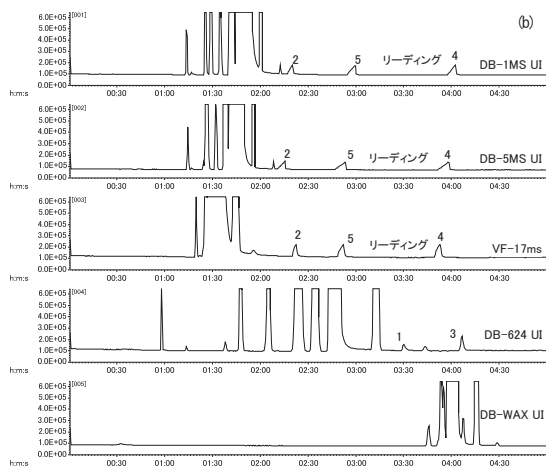


図4 カルボン酸のクロマトグラム
(a)全体像、(b)拡大像

図5のアルコールにおいて、全ての成分を分離判定できたのは624、WAXであった。ピーク形状はWAXが最も良好であった。

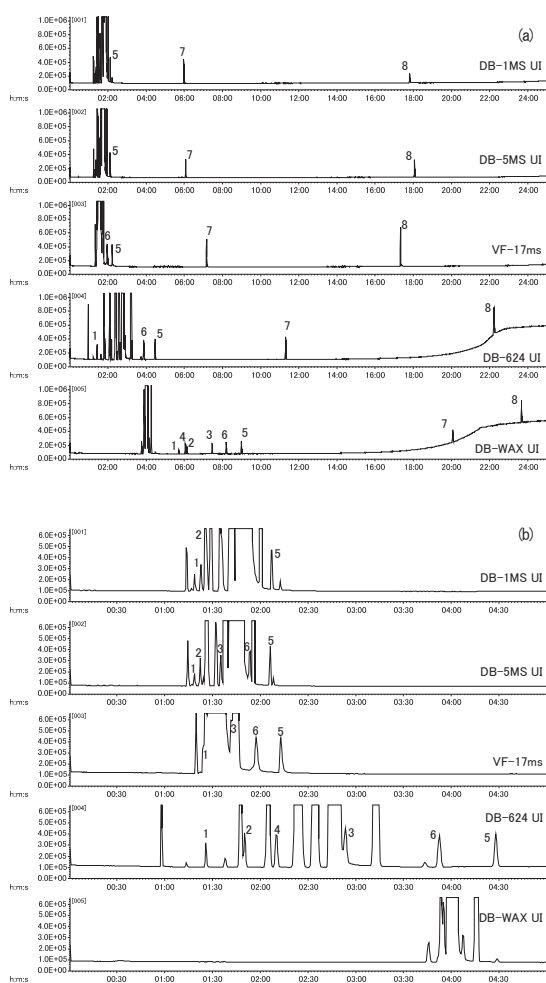


図5 アルコールのクロマトグラム
(a)全体像、(b)拡大像

3. 1. 2 注入ロスプリット比

図6、7に上からスプリット比1/20、1/50、1/200の結果を示す。

スプリット比が大きくなると導入量が少なくなり、図6のとおり強度が下がっている。強度比は1/20に対し、1/50は約1/1.7、1/200は約1/16で、スプリット比どおりにはなっていない。

また図7のとおり、スプリット比が大きくなるにつれピークがシャープになり分離が良くなっている。例えば▲印で示すように、ピーク同士の重複が解消することにより、ピークが判別可能になったり、巨大なピークとの分離が可能となったりしていた。

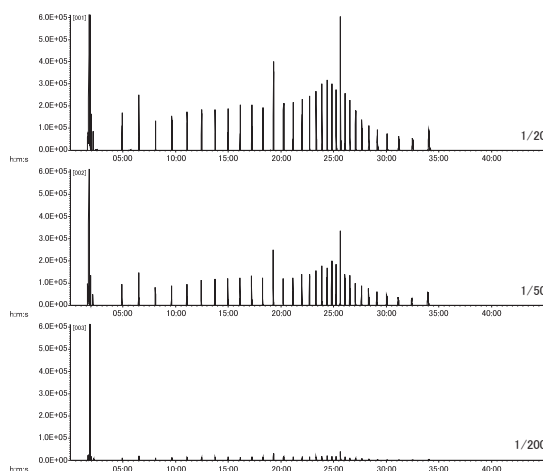


図6 アルカンのクロマトグラム

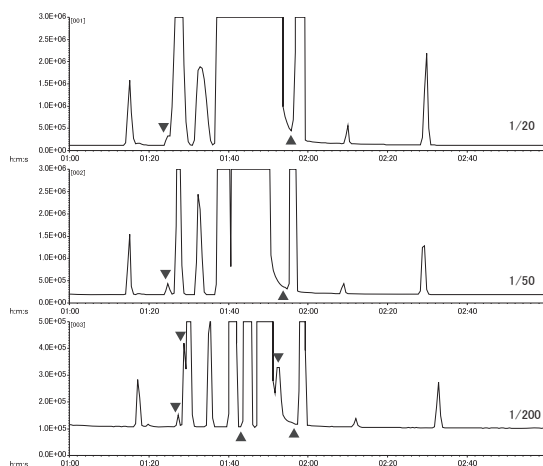


図7 エステル・エーテルのクロマトグラム(拡大像)

3. 1. 3 カラム温度の昇温速度

図8～10に、上からカラム温度の昇温速度2°C/分、10°C/分、30°C/分の結果を示す。

図8のとおり、昇温速度を大きくすると測定時間

が短くなり、高沸点成分の分析に有利である。また、ピーク形状がシャープになり S/N 比及びピーク分離が改善するため、図 8、10 の■印のように微小ピークの判別がしやすくなる。

一方で昇温が早いとピーク同士が近接し、図 8～10 の▲印のように分離が悪くなる場合もあった。

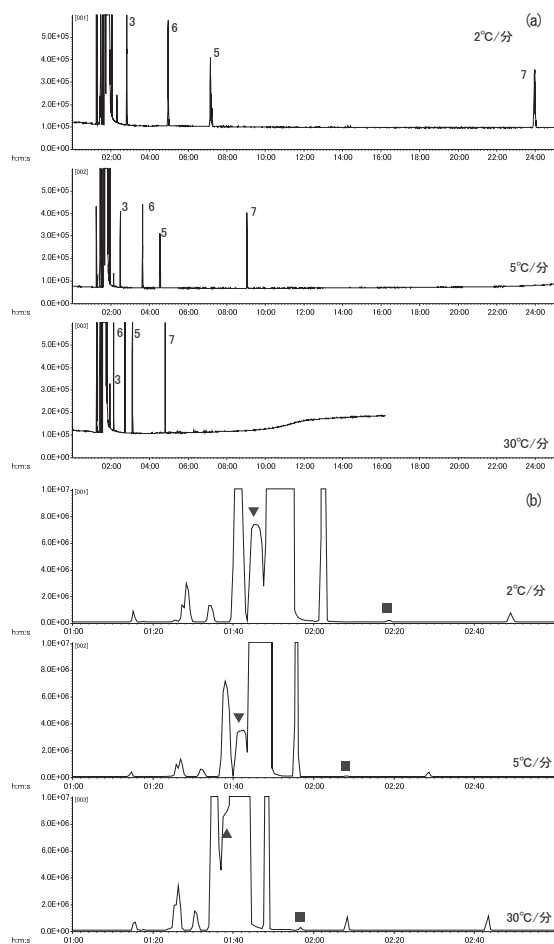


図 8 エステル・エーテルのクロマトグラム
(a)全体像、(b)拡大像

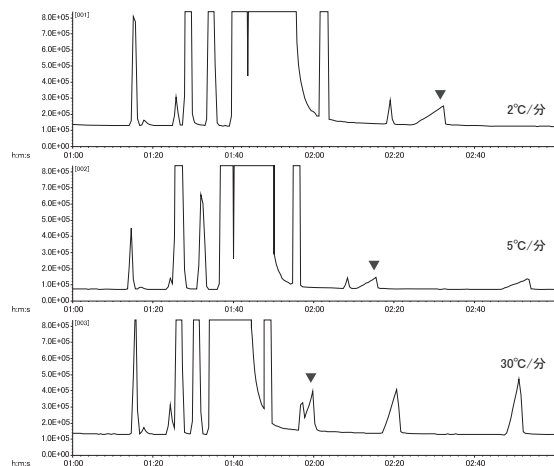


図 9 カルボン酸のクロマトグラム(拡大像)

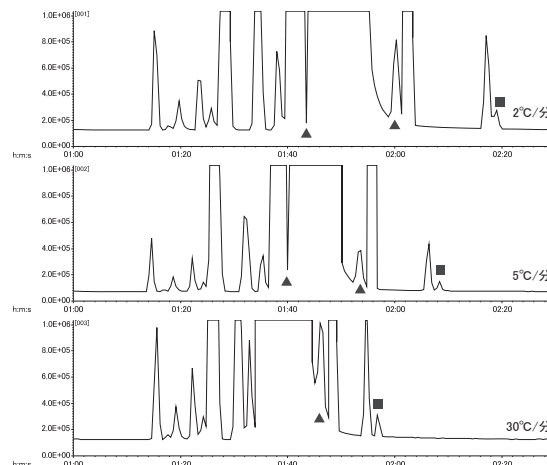


図 10 アルコールのクロマトグラム(拡大像)

3. 1. 4 イオン化電流

図 11 にマニュアルチューニング機能を用いた PFTBA の強度を示す。分析手法の特性上、経時的な感度変化があり絶対的な結果ではないが、傾向としてイオン化電流を上げると、対数的に強度が増加することが分かった。

また図 12 にイオン化電流を変え、炭化水素混合試料を測定したときの C9 及び C40 のマススペクトルを示す。分子量が比較的小さな C9 ではイオン化電流の影響による差は見られないが、分子量の大きな C40 ではマススペクトルのバランスが異なる可能性が示唆された。これは定性分析におけるデータベース照合の際の精度低下につながりうる。

イオン化電流を大きくすると、強度は増加するものの対数的であるためその効果はあまり大きくなく、一方でイオン源のフィラメントが切れる可能性が高まり、マススペクトルのバランスも変化するため、強度の調整は 3.1.5 の EM 電圧で行う方がよいと思われる。

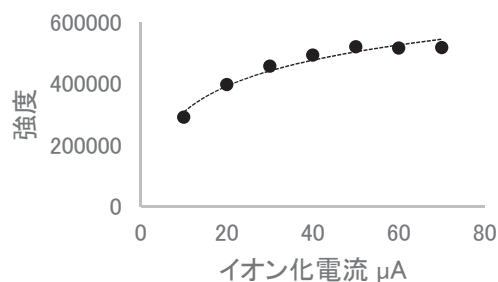


図 11 マニュアルチューニングにおけるイオン化電流と強度の関係

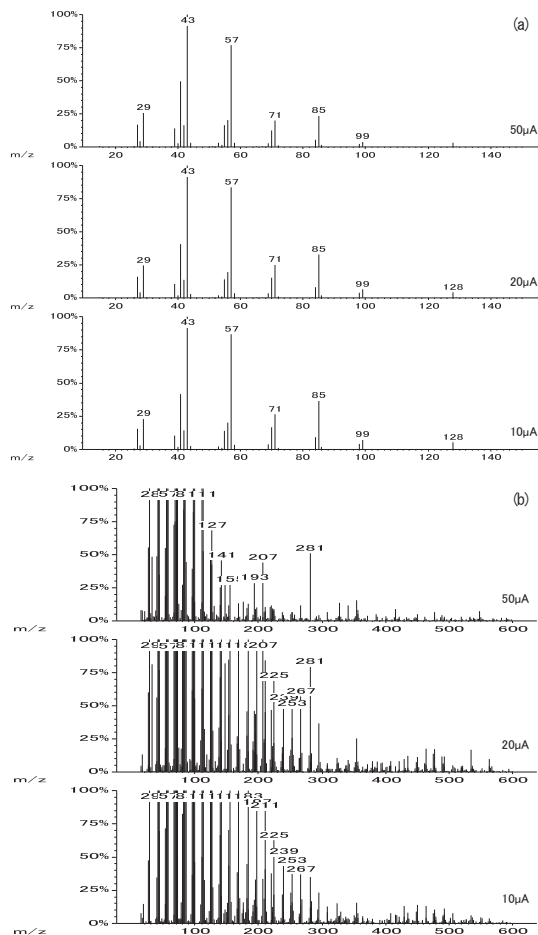


図12 アルカン測定時のC9(a)とC40(b)のマススペクトル

3. 1. 5 検出器EM電圧

図13にマニュアルチューニング機能を用いたPFTBAの強度を示す。3.1.4と同様に、経時的な感度変化があるため絶対的な結果ではないが、傾向としてEM電圧を上げると、指数関数的に強度が増加することが分かった。この結果は図14のとおり炭化水素混合試料を測定した場合も同様で、ピーク形状や保持時間はそのままにピーク強度が指数関数的に増加した。なお、1570Vでは検出器が飽和し、ピークが潰れていた。

EM電圧により強度が大幅に変えられることが分かった。EM電圧の上昇は微小ピークに対しては有効だが、電圧の上昇に比例してバックグラウンド強度も増大するため、ある程度の電圧からS/N比は改善しにくくなり、検出器寿命も短くなるとされている。そのため無理のない電圧での測定が無難であると思われる。

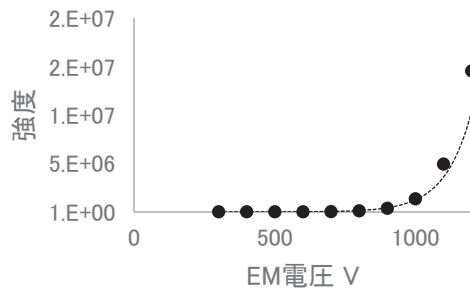


図13 マニュアルチューニングにおけるEM電圧と強度の関係

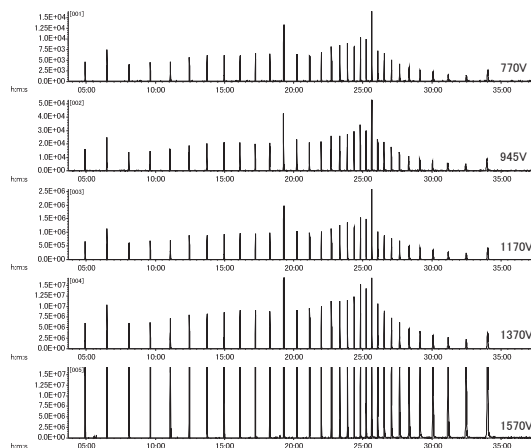


図14 アルカンのクロマトグラムにおけるEM電圧の影響

3. 1. 6 サイクルタイム

図15にエステル・エーテルの結果を示す。サイクルタイムが大きくなるとバックグラウンドノイズが小さくなる一方で、拡大像のようにピーク形状が不明瞭になり、ピークが重複したり形状が三角になったりと、ピークの最大強度や正確な保持時間が把握できない。一般的に、サイクルタイムが長くなると積算時間が長くなるため、ピーク強度が大きくなると言われているが、今回の検討では大きな傾向は見られなかった。3.1.4と同様にピーク強度についてはEM電圧による感度の経時変化の影響の方が大きいものと思われる。

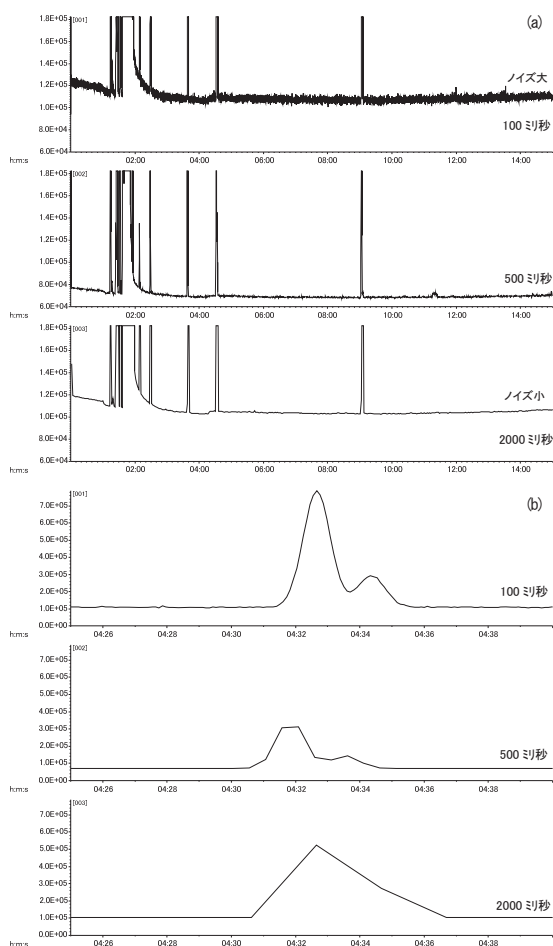


図 15 エステル・エーテルのクロマトグラム
(a) 全体像、(b) 拡大像

3. 2 濃縮ツールの比較検討

3. 2. 1 Supelco 社 SPME

図 16 に SPME の結果を示す。ガスタイトシリンジによる試料の直接導入でも一部成分は把握できるが、SPME を用いると濃縮により強度が増大し、ピークがシャープになっている。

桃、青、空、灰のファイバーは強度よく、網羅的に捕集できているようであった。青、黒、灰（特に黒）はクロマトグラム初期の低分子成分をよく捕集分離し、桃、青、灰はクロマトグラム中期が、青、灰はクロマトグラム後期がよく捕集分離できていた。

黒はクロマトグラム後期の高沸点成分に弱く、空はケトン、アルコール、カルボン酸などの極性成分に弱く、白は高沸点成分に強い印象であった。

よって、成分未知の試料に対しては網羅的に使える桃、青、空、灰がよく、目的成分が明確な場合は沸点や極性から選択すればよい。

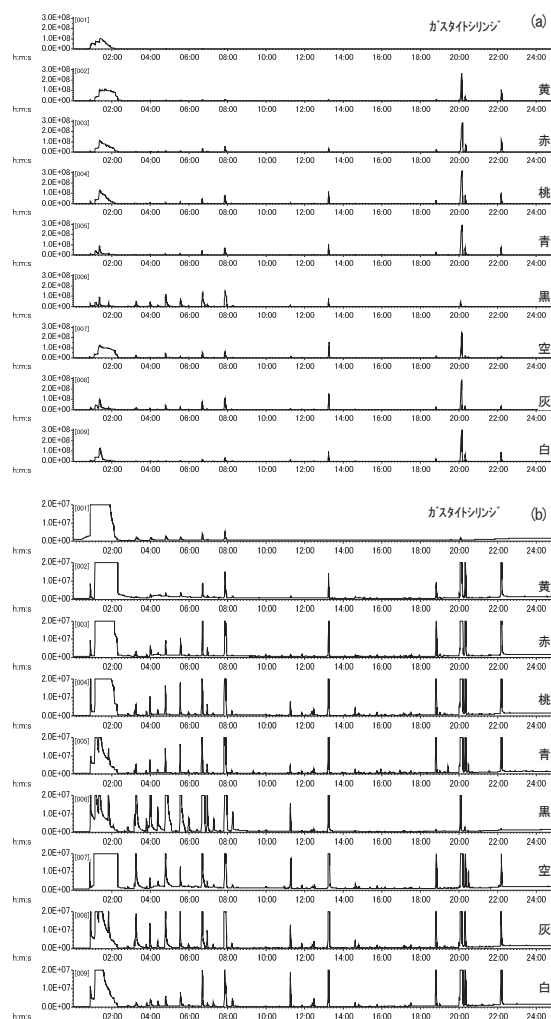


図 16 SPME を用いた調製液 2 のクロマトグラム
(a) 全体像、(b) 拡大像

3. 2. 2 ジーエルサイエンス社 MonoTrap

図 17 に MonoTrap-溶媒抽出による結果を示す。DCC18 は DSC18 に比べ、クロマトグラム初期の低沸点成分を捕集できており、強度も高く、ピークもシャープであった。DSC18 は相対的にクロマトグラム後期の高沸点成分が捕集されていた。

溶媒抽出法は SPME に比べ、コストメリットはあるが溶出の手間がかかり、溶媒希釈による感度低下及び溶媒由来の巨大なピークや不純物の影響を受けたため、今回の場合 SPME にメリットが大きいように思われた。但し今回検証していないが、MonoTrap は使用枚数を増やしたり、抽出溶媒を濃縮したりすることで手軽に感度を上げられるとされている。

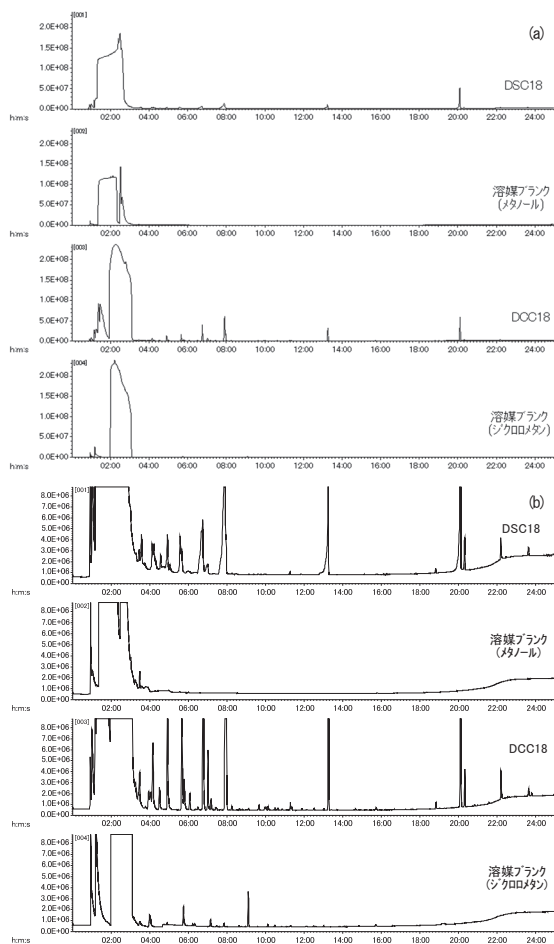


図 17 MonoTrap を用いた溶媒抽出による調製液 2 のクロマトグラム
(a) 全体像、(b) 拡大像

また、溶媒抽出としてシリカゲル並びに活性炭の捕集管及びサンプリングポンプを用いたヘッドスペースガスの捕集濃縮を同様に実施したが、濃縮条件が不十分だったためか今回検証した 3 つのツールに対して分析感度が劣っていたため、今後の検討事項とし割愛する。

3. 2. 3 フロンティア・ラボ社マジックケミソーパー

図 18 にコールドトラップの効果を示す。マジックケミソーパー-PEG を用いて調製液 2 のヘッドスペースガスを捕集し、加熱脱着した結果である。

コールドトラップにより、クロマトグラム初期の水 (■印) などの低分子成分の測定ができています。また、拡大図の▼印ようにピークがシャープになり、S/N 比の向上、ピーク重複の解消により各ピークが明確に判断できる。

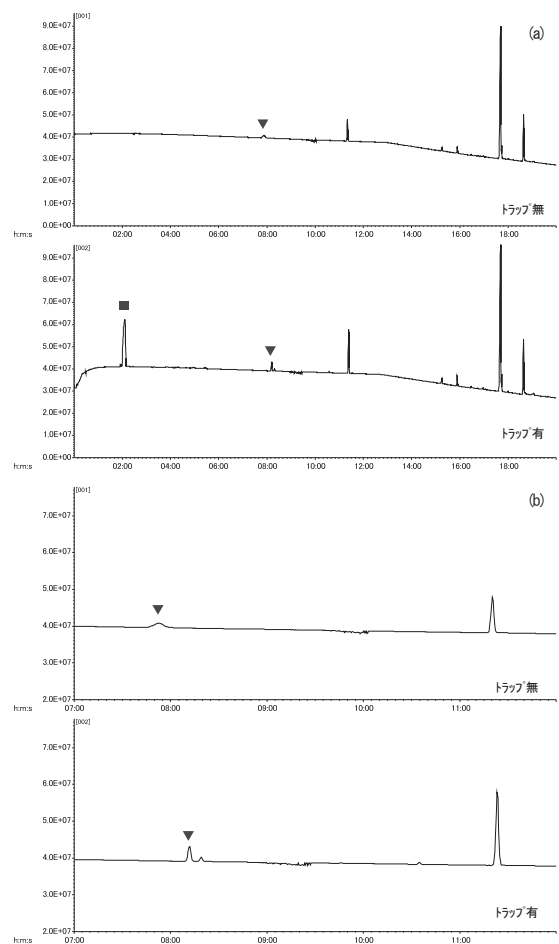


図 18 コールドトラップの効果
(a) 全体像、(b) 拡大像

図 19 にマジックケミソーパー及び MonoTrap の加熱脱着の結果を示す。図 17 の MonoTrap-溶媒抽出法と図 19 の加熱脱着法を比較すると、検出されたピークの傾向は同様に、加熱脱着法では溶媒由来の妨害やクロマトグラム後期のブリードの影響が抑えられた結果が得られた。

MonoTrap とマジックケミソーパーを比較すると、MonoTrap の方がピーク強度が大きく、マジックケミソーパーはクロマトグラム中期から後期の成分に有利のようである。

メーカーの資料では、マジックケミソーパーは SPME より抽出容量が大きいとされているが、今回の条件においては SPME の方が大小多数のピークを高感度で得られたと思われる。

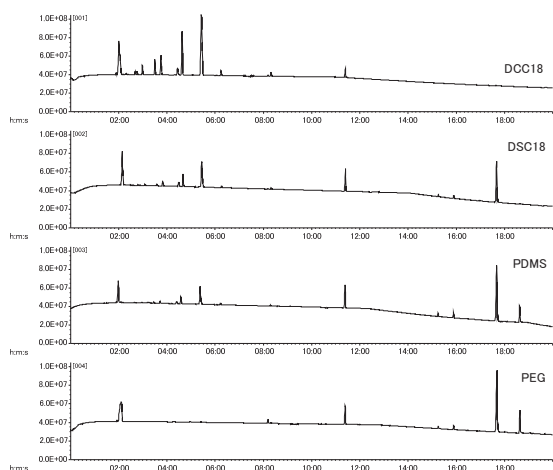


図 19 マジックケミソバー及び MonoTrap 加熱脱着の比較

3. 3 無料提供ソフトを用いた微小ピークの把握手法の検討

模擬試料及び対照試料の気相の測定結果を図 20 に示す。カラムや空気などに由来する夾雑ピークが多数存在し、試薬由来の微小ピークの特定は困難であった。

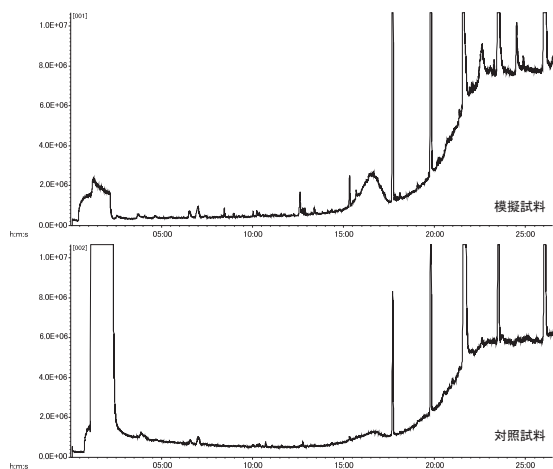


図 20 模擬試料及び対照試料のクロマトグラム

模擬試料のデータを AMDIS によりデコンボリューション解析した結果が図 21 である。図中段の白色クロマトグラムが TIC であり、選択した m/z のマスクロマトグラムが図下段に描かれている。デコンボリューションにより統計的にピークが分離判別され、今回のトルエンやキシレンのように目視では判断がつかないような微小ピークや重複ピークが特定可能であった。

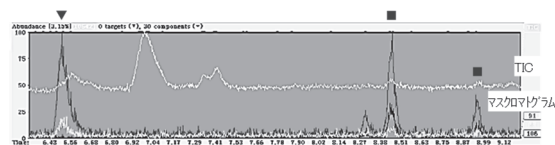


図 21 模擬試料データのデコンボリューション後のクロマトグラム (拡大像)

▼トルエン、■キシレン

MS-DIAL の結果を図 22 に示す。図(a)はデコンボリューションによりピーク検出を行った結果、模擬試料と対照試料で統計的に差が見られたピークを横軸が保持時間、縦軸が m/z として示している。

図(b)、(c)は模擬試料と対照試料の繰り返しデータをそれぞれデコンボリューションによりピーク検出し、得られたピークを主成分分析に供した結果である。図(b)のスコアプロット(第一主成分: 寄与率 71%、第二主成分: 寄与率 21%)において、3 回測定でばらつきはあるが、左上の実線囲い部分が対照試料、右下の破線囲い部分が模擬試料と斜めの配置ではっきりとグルーピングできた。図(c)のローディングプロットにおいて、スコアプロットとローディングプロットの位置関係は対応しているため、模擬試料と対照試料の成分の差が大きな成分はスコアプロットの斜めの方向で見ると右下の囲った領域となる。主成分分析にて差が示唆された成分のマススペクトルや保持時間を改めて精査すると、添加したトルエン及びキシレンと思われる結果が特定できた(図(a)の囲い部分)。

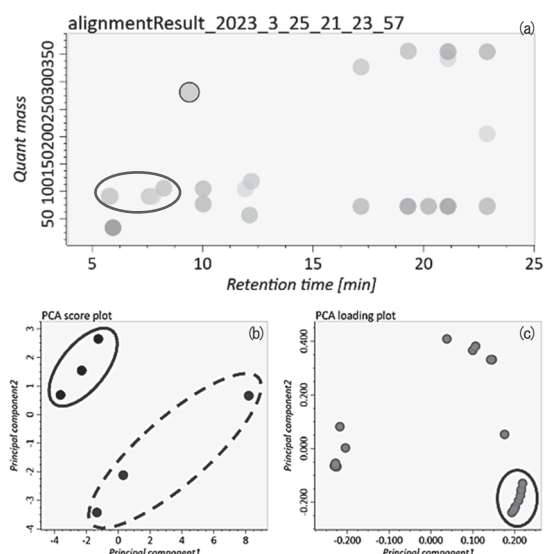


図 22 MS-DIAL による解析結果

(a) 試料間で統計的に差が示唆されたピーク主成分分析結果 (b) スコアプロット、(c) ローディングプロット

4 考察

分離カラムを選定する際に、低沸点成分の分析では高膜厚、高沸点成分の分析では薄膜厚かつ低極性、全体的な分離をよくする場合は高膜厚や長いカラムを選ぶとよい。

また、におい成分は低沸点かつ極性成分である場合が多いため、カラムのファーストチョイスとしては624かWAXが適していると思われる。

その他の測定条件として、感度を上げるためにはまずEM電圧を上昇させるとよい。また、スプリット比を小さくすることも有効だが、分離が悪くなる可能性があるため注意が必要である。

微小ピークの判別において、昇温速度を速くするとピーク形状がシャープになり判別しやすくなり、サイクルタイムをピーク形状がつかめる程度に長く取るとバックグラウンドノイズが小さくなりS/N比が改善する。但し、デコンボリューションを行う場合、サイクルタイムは100~200ミリ秒以下にする必要があると言われている。

分離をよくするためには昇温速度を遅くする、スプリット比を大きくするとよい。

気相中の成分の濃縮には、作業性及び濃縮効率からSPMEが選りやすく、ファーストチョイスとしては灰(DVB/CAR/PDMS)が適していると思われる。

デコンボリューションを用いたピーク検出では設定項目が少ないAMDISが比較的扱いやすく、これだけでも微小ピークやピークの重複の判別が容易であった。

主成分分析を行いたい場合はMS-DIALが比較的扱いやすかった。今回紹介しなかったが、主成分分析以外の多変量解析を行いたい場合はwebを介した無料ソフトのmetabo analyzerもよく使われているようである。

5 まとめ

異臭分析のような微量成分をGC/MSを用いて評価する際の作業の効率化のため、測定条件要因の結果に与える影響を系統立てて検証した。また、微量成分をより高感度で評価すべく市販の濃縮ツールの効果と特性把握を行った。さらに、得られた結果の解析を省力化し、客観的裏付けを得るために無料ソフトの活用を検討した。

その結果、S/N比に影響を及ぼす要因、ピーク分離に影響を及ぼす要因、第一スクリーニングとして網羅的に捕集濃縮できるツール、無料ソフト及び統

計的手法適用の優位性が把握できた。これにより今後のGC/MSを用いた測定における条件検討が大幅に短縮でき、経験値に頼っていたノウハウが改めて顕在化できたことから属人的なばらつきが抑制できるようになったと思われる。

今後は今回の内容を具体的な事例に活用し、さらなるブラッシュアップをはかる。

参考文献

- 1) 中村貞夫：ぶんせき，7：(2008)358-359
- 2) 樋口誠一、横堀正敏、仲島日出男：埼玉県産業技術総合センター研究報告，第14巻：(2016)
- 3) 大渡康夫、牧野正知、松林和彦、田畑光正：島根県産業技術総合センター研究報告，第56号：(2020)7-12
- 4) 大渡康夫、杉山万里、牧野正知、松林和彦、田畑光正：島根県産業技術総合センター研究報告，第56号：(2020)13-20
- 5) 川瀬敬三、門上希和夫：分析化学，64(1)：(2015)43-50
- 6) 代島茂樹、保母敏行、前田恒昭監修、(公社)日本分析化学会ガスクロマトグラフィー研究懇談会編集：役に立つガスクロ分析、(株)テコム出版事業本部(2019)
- 7) 保母敏行、古野正浩監修、(社)日本分析化学会ガスクロマトグラフィー研究懇談会編集：ガスクロ自由自在Q&A~準備・試料導入編~、丸善(株)(2008)
- 8) 保母敏行、古野正浩監修、(公社)日本分析化学会ガスクロマトグラフィー研究懇談会編集：ガスクロ自由自在Q&A~分離・検出編~、丸善(株)(2018)
- 9) 馬場健史、平山明由、松田史生、津川裕司編集：実験医学別冊メタボロミクス実践ガイド サンプル調製からデータ解析まで、あなたに合った実験デザインと達人テクニック、(株)羊土社(2021)
- 10) アジレント・テクノロジー(株)アプリケーションNo. 5991-2547JAJP
(<https://www.chem-agilent.com/appnote/applinote.php?pubno=5991-2547JAJP>)
- 11) アジレント・テクノロジー(株)アプリケーションNo. GC-MS-201910KG-001
(<https://www.chem-agilent.com/appnote/>)

- applinote.php?pubno=GC-MS-201910KG-001)
- 12) ESI 友の会:メタボロミクス若手会HP
(<https://sites.google.com/site/esitomonokai/home>)
 - 13) AMDIS HP(<http://amdis.net/>)
 - 14) 理化学研究所 MS-DIAL HP
(<http://prime.psc.riken.jp/compms/msdial/main.html>)

減圧加熱技術を用いた深層水塩の粒径制御及び成分調整技術の開発

伊吹 哲 隅田 隆

Development of particle size control and component adjustment technology for deep sea salt using vacuum heating technology

Satoru IBUKI Takashi SUMIDA

濃縮海洋深層水を原料として減圧加熱条件下及び恒温恒湿条件下で製塩を検討した結果、減圧加熱条件下ではほぼ全ての条件で50%Dが1.0mm程度の粒径の塩となり、恒温恒湿条件下では攪拌することにより50%Dを約0.5~2.3mmに粒径制御することが可能となった。

1 まえがき

消費者ニーズの多様化により天日塩や釜炊き塩等の食塩は、様々な粒径の商品が存在している。例えば、粒径が大きいほどまろやかで、小さくなるにつれて塩味を強く感じるといったことから、使用される場面に合わせて選定されることが多い。

本研究では、そういったニーズに合わせて、室戸の濃縮海洋深層水（塩分濃度約24%、室戸海洋深層水(株)製造）を用いて、小型減圧加熱装置及び恒温恒湿条件下における製塩時の塩の粒径制御に取り組むこととした。

2 実験方法

2.1 塩の粒径評価

塩の粒径評価は、湿式の粒度分布測定装置では塩の溶解や凝集体の分解により困難なため、0.50、0.85、1.19、1.68、2.00、2.36、2.80mmの目開きのふるいを用いて、質量分布にて評価することとした。

各ふるい上の粒子を重量%で積算して直線で結び、積算値が50%となった粒径を50%Dとし、粒径評価の指標とした(図1)。なお、目視にてふるい上での凝集が確認されたものについては除外した。

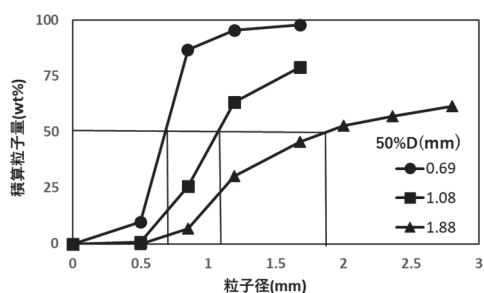


図1 ふるいによる粒径評価例

2.2 小型減圧加熱装置による製塩

図2に示す小型減圧加熱装置を用いて、濃縮海洋深層水を原料とし、圧力、温度、攪拌条件の組み合わせにより製塩を行い、ろ過後、塩の粒径を評価した。



図2 小型減圧加熱装置

2.3 恒温恒湿条件下における製塩

恒温恒湿槽内で温度(30℃、50℃)、湿度(30%RH)を一定にし、濃縮海洋深層水をビーカーに入れ、マグネチックスターラーを用いて攪拌(0、250、500rpm)し、ろ過後、塩の粒径を評価した。

3 結果及び考察

3.1 減圧加熱条件下での粒度分布

攪拌条件を固定し、温度一定の減圧下で圧力を変えると圧力が高いほど(真空度が低い)、50%Dは大きくなる傾向であり、圧力一定で温度を変えた場合では低温ほど50%Dは大きくなる傾向であった。

一方で、温度・圧力一定で、攪拌条件を変えた場合の差はみられなかった。

なお減圧加熱条件下では、粒径の変化量が少なく、50%Dの最大粒径差は0.3mm程度であった(表1)。

表1 減圧加熱条件下における50%D

攪拌条件 (rpm)	温度 (°C)	圧力 (hPa)	50%D (mm)
15	80	100	0.80
		200	1.11
		300	1.12
15	80	100	0.80
	70		0.91
	60		0.98
15	80	200	1.11
60			1.14
195			1.11

3. 2 恒温恒湿条件下での粒度分布

恒温恒湿条件下では、減圧加熱条件下とは異なり、回転数を上げるにつれて小粒径化する傾向が見られた (図3)。

得られた結晶をSEM-EDSにより成分分析するとNaCl以外にMg、Ca、S、Oが確認され、NaCl結晶がMg、Ca、S、Oによって凝集している状態が確認できた (図4)。

このことにより、製塩時におけるNaCl結晶のMg、Ca、S、Oによる凝集が攪拌することで阻害され、小粒径化したのではないかと考えられる (図5)。

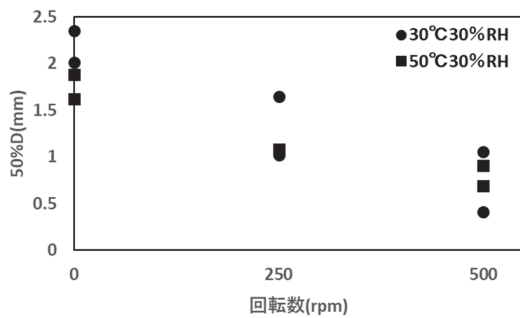


図3 回転数と50%Dの関係

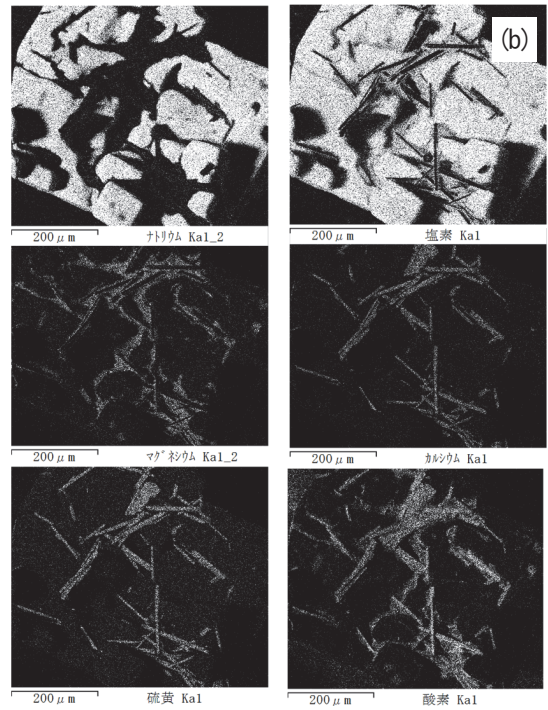
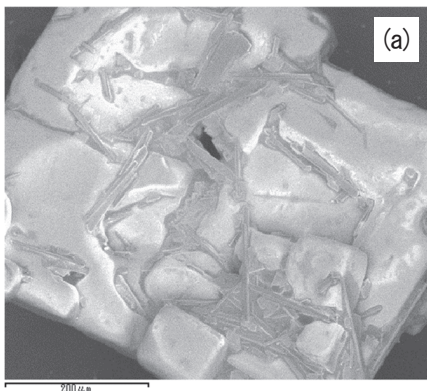


図4 塩粒子のSEM像及びEDSマッピング結果 (a)SEM、(b)EDS

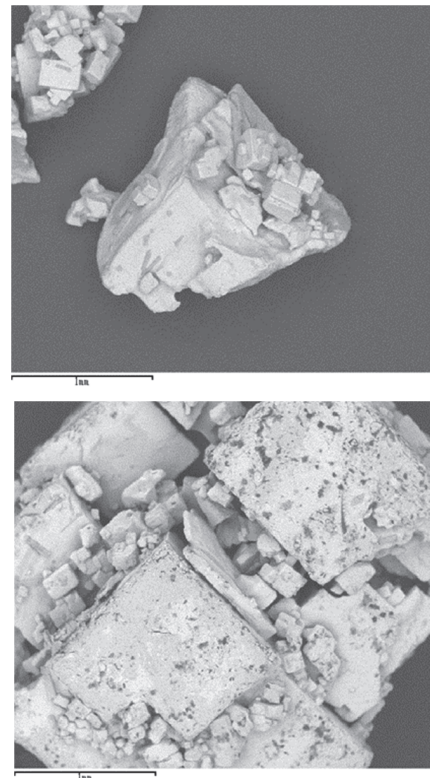


図5 小粒径塩と大粒径塩のSEM像

4 まとめ

濃縮海洋深層水を用いた小型減圧加熱装置による製塩においては、塩の大きな粒径変化は認められなかったが、恒温恒湿条件下においては攪拌による小粒径化により塩の粒径制御が可能となった。

バイオマス燃焼灰中の結晶質シリカ調査

矢野 雄也 竹吉 優樹

Study of crystalline silica in biomass combustion ashes

Yuya YANO Yuki TAKEYOSHI

SDGs 及びカーボンニュートラルの取組みにより注目されているバイオマスの熱源利用だが、一方で燃焼灰中に規制対象物質である結晶質シリカの含有が懸念される。そこで、バイオマス原料の燃焼温度と燃焼灰中シリカの結晶化の関係性及び定量手順について検討した。

穀物殻及び竹粉を 1050℃で灰化すると、どちらからも結晶質シリカが認められ、含有量は原料により異なった。結晶化温度は不純物の影響により低温化することが示唆された。また、結晶質シリカ含有量の定量手順として基底標準吸収補正法による X 線回折測定が適用可能であることを確認した。

1 まえがき

農業、林業、食品加工業などバイオマス廃棄物は世界各地で大量に発生し続けており、SDGs やカーボンニュートラルの取組みによりその廃棄量削減、減容化、コスト削減、2 次利用などが強く求められる。また、化石燃料から再生エネルギーやバイオマス燃料への転換も推進されている。

本県でも豊富な森林資源の積極的な活用のため木質バイオマスボイラーの導入を支援してきたが、近年熱源や発電用途としてより注目されている。バイオマス原料の燃焼利用の際に発生する灰は主に産業廃棄物だが、主成分がシリカ (SiO_2) で、一部がセメント、路盤材、土壌改良材など農業、工業利用される。

一方、結晶質シリカはじん肺や発がんリスクから、労働安全衛生法によるラベル表示や SDS 交付義務、作業環境の整備や適切な廃棄が必要である。また、結晶性が高いとケイ素が水中に溶出しにくく 2 次利用を考える際に不利となる。¹⁾²⁾

高温で生じたバイオマス燃焼灰は結晶質シリカの含有が懸念されるため、安全性とリサイクル利用をかんがみ、バイオマス原料の燃焼温度と燃焼灰中シリカの結晶化との関係性、及び規制への対応として結晶質シリカの定量手順について検討した。

2 実験方法

2.1 バイオマス原料の評価

バイオマス原料として、県内企業から発生する竹の切粉及び麦を含む穀物殻を用いた。

自然対流式恒温試験機 (いすゞ製作所、MDN-19SA)

により 105℃で恒量まで乾燥し、減量を水分量とした。

乾燥試料を分解容器に 0.2g 分取し、硝酸(富士フィルム和光純薬、電子工業用 1.42)8mL を添加後、マイクロ波試料前処理装置(マイルストーンゼネラル、ETHOS EASY)により加圧酸分解した。分解液を 100mL メスフラスコで定容、5 倍希釈し、ICP 発光分光分析装置 (Agilent Technologies、Agilent ICP-OES 5800VDV) により K の定量分析を行った。

乾燥試料を磁性るつぼに分取し、大型電気マッフル炉 (東洋製作所、FUW253PB) により 1050℃で恒量まで灰化し、残分を灰分とした。

灰化試料を白金るつぼに 1g 分取し、硫酸(富士フィルム和光純薬、試薬特級)数滴とふっ化水素酸(富士フィルム和光純薬、試薬特級)5mL を添加後ホットプレートにより硫酸白煙が生じるまで加熱した。放冷後、ふっ化水素酸 2mL の添加、硫酸白煙まで加熱、放冷のサイクルを 3 回繰り返し、マッフル炉により 1050℃で 2 時間加熱、放冷後秤量した。分取量に対する減量を SiO_2 量とした。

2.2 燃焼灰の評価

乾燥試料をマッフル炉により 500、600、700、800、1050℃で各 10 時間加熱、放冷し、測定試料とした(竹粉は 600、1050℃のみ)。

1050℃試料にバインダ(Chempix、Spectro Blend 660)を添加し、蛍光 X 線分析装置 (リガク、ZSX PrimusIV) により半定量分析 (ファンダメンタルパラメーター法) を行った。

各試料を X 線回折装置(スペクトリス、Empyrean)

により結晶組成の定性分析及びハーマンズ法による結晶化度の概算評価を行った。

600℃試料及び比較として二酸化けい素試薬(富士フィルム和光純薬, 99.9%)を差動型示差熱天秤(リガク, Thermo plus EV02)により室温から5℃/分で昇温、1050℃で2時間保持した時の挙動を測定した。

2. 3 結晶質シリカ定量方法の検討

結晶質シリカの定量方法として、結晶組成の判定が可能かつ定量精度が高いことからアスベストの評価などで用いられる基底標準吸収補正法によるX線回折測定を検討した。基底標準吸収補正法とは測定試料中のマトリックスの吸収の影響を抑え、定量範囲を広げる手法である。²⁾³⁾⁴⁾⁵⁾

各試料を200mL コニカルビーカーに約10mg 分取し、20%ギ酸(キシダ化学、特級)20mL、超純水40mLを加え、超音波洗浄機(アズワン、ASU-6M)により1分間分散した。室温で12分間攪拌後、25mmφフッ素樹脂バインダグラスファイバーフィルタ(アドバンテック東洋、PG-60)に吸引ろ過でろ別し、恒温試験機により105℃で1時間乾燥した。

検量線作製用試料として、一般社団法人日本繊維状物質研究協会が頒布する分析用標準試料(クリストバライト(JASFM Qri21)、トリジマイト(JASFM Tri31)、石英(JASFM Qtz11))を用いた。

標準試料25mgをそれぞれ200mLビーカーに分取し、イソプロピルアルコール(キシダ化学、特級)100mLを添加、攪拌し、超音波洗浄機により1分間分散した。分散液を250mL有栓メスシリンダーに移し、イソプロピルアルコールを追加、定容し母液とした。200mLコニカルビーカーに母液から5~100mLを段階的に分取し、ギ酸0.01~0.2mLを段階的に同一割合になるよう添加し、室温で12分間攪拌後、フッ素樹脂バインダグラスファイバーフィルタに吸引ろ過でろ別し、恒温試験機により105℃で1時間乾燥した。

亜鉛基板にろ別したフィルタを設置し、X線回折装置により測定した。測定条件は表1のとおり。

表1 X線回折装置 定量測定条件

設定項目	測定条件
X線対陰極	Cu
管電圧	45kV
管電流	40mA
X線ミラー	Bragg-Brentano HD
走査速度	0.06° /s
発散スリット	1/4°
散乱防止スリット	1°
マスク	10mm
ソーラススリット	0.04rad
受光部散乱防止スリット	8mm
受光部ソーラススリット	0.04rad
検出器	1D 半導体検出器
走査範囲(2θ)	クリストバライト 20.0 - 24.0° トリジマイト 18.5 - 22.5° 石英 24.6 - 28.6° Zn 36.0 - 42.0°

3 結果

3. 1 バイオマス原料の評価

結果は表2のとおり。使用した穀物殻は竹粉に比べ灰分、K、SiO₂が多かった。燃焼灰の主成分がSiO₂であることが確認された。

表2 バイオマス原料の評価結果

	穀物殻	竹粉
水分量(%)	4.1	6.5
灰分(%)	14.3	1.2
K(%)	1.2	0.6
SiO ₂ (%)	13.7 (96.2)	1.1 (86.0)

(注) SiO₂の括弧内の数値は灰中のSiO₂含有量(%)を示す。

3. 2 燃焼灰の評価

燃焼灰を図1に示す。低温では有機物の燃焼残渣や炭素をケイ素が取込みただらに黒いぼぼそした見た目だが、1050℃ではさらさらした粉末となり色味は取込んだ炭素がわずかに残りやや灰色がかった白色であった。炭素の取込み具合は不純物の影響を受けると言われている。¹⁾

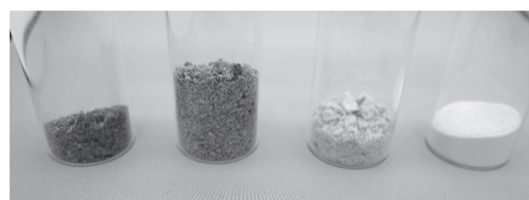


図1 加熱温度を変えた燃焼灰
左から600℃、700℃、800℃、1050℃

蛍光X線分析の結果、どちらの原料の灰もNa、Mg、Al、Si、P、S、K、Ca、Cr、Mn、Fe、Ni、Cu、Znを含み、穀物殻の方がNa、Mg、Al、Si、P、K、Ca、Cr、Feが多く（特にNa、Si、K、Ca、Fe）、竹粉の方がSが多かった。

X線回折の結果は図2、3、表3のとおり。図2、3のX線回折のスペクトルの22°付近に見られるブロードのピークが非晶質である。バイオマス中の有機ケイ素は、燃焼により非晶質から結晶質に変化していた。図2より竹粉と穀物殻では同じ加熱条件でも、クリストバライトとトリジマイトの割合や非晶質シリカ量など結晶組成が異なるようである。

図3より結晶化は高温（特に700°C以上）になるにつれて進んでいた。また、クリストバライトは700°Cから800°Cまでピークが増大し、1050°Cでは減少していた。トリジマイトは700°Cからピークの痕跡が現れ、1050°Cでは明確になっていた。石英は500°Cから800°Cまでは微小なピークが見られたが、1050°Cでは無くなっていた。塩化カリウムは高温になるにつれ減少し、1050°Cでは無くなっていた。高温により揮散したと思われる。

示差熱分析の結果は図4のとおり。不純物をほとんど含まない試薬には熱的变化は見られず、穀物殻では820°C、竹粉では940°C付近に緩やかな発熱ピークが見られた。これらの差は不純物によるものと考えられ、発熱は相転移もしくはケイ酸カリウムの生成によるものと思われる。⁶⁾⁷⁾

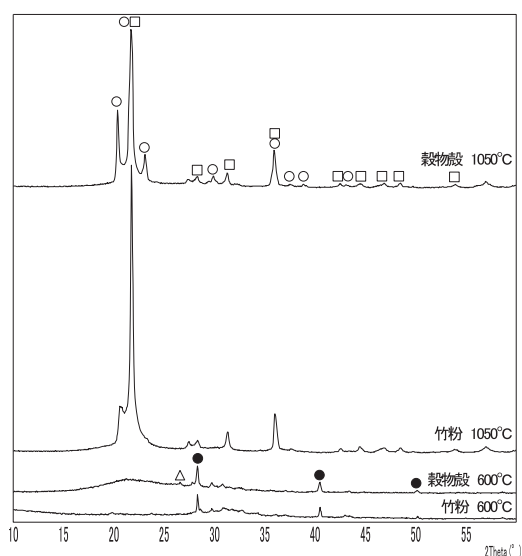


図2 異なる原料の燃焼灰の結晶組成の違い
□:クリストバライト、○:トリジマイト、
△:石英、●:塩化カリウム

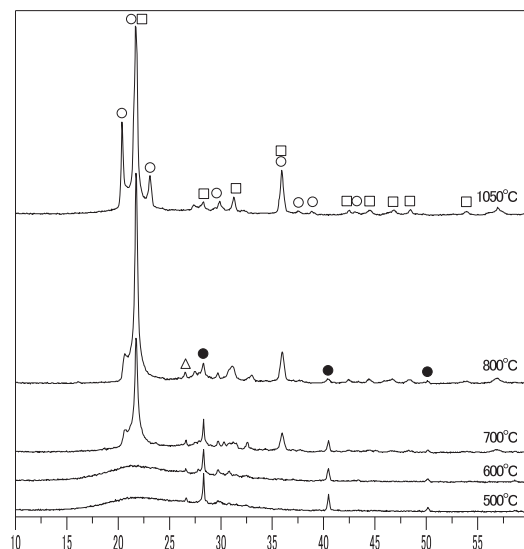


図3 穀物殻における加熱温度と結晶化の関係
□:クリストバライト、○:トリジマイト、
△:石英、●:塩化カリウム

表3 加熱温度と結晶化度の関係性

原料	加熱温度(°C)	結晶化度(%)
穀物殻	500	5
	600	11
	700	35
	800	44
	1050	49
竹粉	600	26
	1050	55

(注) 結晶化度は試料中の結晶質の合算量であり、シリカのみでの値ではない。

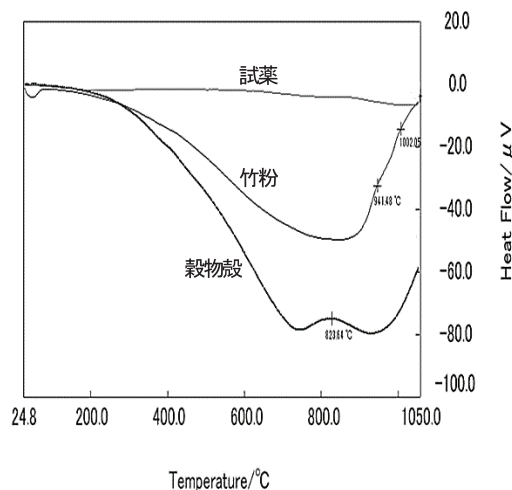


図4 600°C加熱した灰の示差熱分析結果

3.3 結晶質シリカ定量方法の検討

定量結果は表4のとおり。クリストバライトの主線[101]ピーク($2\theta=22.0^\circ$)はトリジマイトの[002]ピーク($2\theta=21.6^\circ$)と重なるため、解析ソフトの波形分離機能を利用した。亜鉛はX線の潜り込みをか

んがみ定量成分の測定角度に近い角度を用いるべきだが、最も近い [002] ピーク ($2\theta=36.2^\circ$) はトリジマイトや石英の近接線があるため、次点の [010] ピーク ($2\theta=39.0^\circ$) を用いた。定量下限は、検量線作製の最低濃度試料の 10 回繰り返し測定の標準偏差から算出した。³⁾⁴⁾

各定量成分において相関係数が 0.99 以上の直線検量線が作製でき、図 2、3 に示すスペクトル形状が反映された結果が得られたと思われる。

表 4 燃焼灰中の結晶質シリカ含有量

原料	加熱温度(°C)	クリスタライト(%)	トリジマイト(%)	石英(%)	合計(%)
穀物殻	600	-	-	0.4	<1
	700	14	2	0.4	16
	800	16	4	0.4	20
	1050	15	9	-	24
竹粉	1050	19	3	-	22
定量下限値		0.2	0.8	0.2	1.2

4 考察

純粋な非晶質シリカは 1300°C 程度から、石英、クリストバライト、トリジマイトと結晶化するとされるが、K などアルカリ金属の不純物により低温化するとされている。¹⁾⁵⁾⁷⁾⁸⁾ 今回の結果も同様の影響を受けたと考えられ、穀物殻のように低温でも結晶質シリカになりうる原料を利用する際は注意が必要であることが分かった。

現在、工業利用されているケイ素原料は主に鉱物だが、ケイ藻や稲など植物にも含まれており⁵⁾⁶⁾、それらの燃焼灰は高純度シリカとしてリサイクルできる可能性が確認できた。

結晶質シリカの定量手順を検討した結果、定量下限値がトリジマイトで 0.8%、結晶質シリカとして合算では 1.2% であったが、SDS 交付やラベル表示の義務が 0.1% 以上であるため、測定条件を見直し更なる精度向上をはかる必要がある。

5 まとめ

バイオマス材料である穀物殻及び竹粉を燃焼すると、含有ケイ素が規制物質である結晶質シリカに変化し、高温ほど結晶化が進むことが分かった。つまり、燃料源としてバイオマス原料を高温で燃焼させると、灰の取扱いや作業環境など適切な対応が求められる場合があり注意が必要であると懸念される。

ケイ素含有量は材料により異なり、結晶化温度は K のような含有不純物により低温化されることが示

唆された。

規制対応として、燃焼灰中の結晶質シリカの定量手順に基底標準吸収補正法による X 線回折測定が適用できることを確認した。

参考文献

- 1) 梅田純子、近藤勝義、道浦吉貞：廃棄物学会研究発表会講演論文集 第 18 回廃棄物学会研究発表会、(2007)B4-12
- 2) 国立研究開発法人 農業・食品産業技術総合研究機構 農業技術革新工学研究センター 2019 年の成果情報 結晶質シリカの生成を抑制する籾殻燃焼装置
https://www.naro.go.jp/project/results/4th_laboratory/iam/2019/iam19_s03.html
- 3) JIS A 1481-3:2014「建材製品中のアスベスト含有率測定方法—第 3 部：アスベスト含有率の X 線回折定量分析方法」、日本産業標準調査会
- 4) X 線回折分析法による建材製品中の結晶質シリカの定量分析方法(2019 年 12 月)、一般社団法人日本繊維状物質研究協会
- 5) 篠原也 寸志、神山宣彦：エアロゾル研究, 16(4) : (2001)269-274
- 6) 奥谷猛、中田善徳：熱測定, 23(3) : (1996)117-127
- 7) 樋口昌史、東保男：Journal of the Ceramic Society of Japan, 105(1221) : (1997)385-390
- 8) 大学共同利用機関法人 自然科学研究機構 分子科学研究所 機器センター 分子・物質合成プラットフォーム 利用報告書 バイオマスの研究-籾殻の有効利用 奥谷猛、加藤石生
<https://nms-platform.com/archives/report/%e3%83%90%e3%82%a4%e3%82%aa%e3%83%9e%e3%82%b9%e3%81%ae%e7%a0%94%e7%a9%b6-%e7%b1%be%e6%ae%bb%e3%81%ae%e6%9c%89%e5%8a%b9%e5%88%a9%e7%94%a8>

バイオマス素材とポリプロピレンとの複合材料の開発（第1報）

瀧石 朋大 堀川 晃玄 鶴田 望 山下 実 榊原 圭太*

Development of cellulose/polypropylene composites (Part 1)

Tomohiro TAKIISHI Kogen HORIKAWA Nozomu TSURUTA Minoru YAMASHITA
Keita SAKAKIBARA*

バイオマス素材と合成樹脂との混練は古くから行われてきたが、二酸化炭素の放出に繋がる石油資源由来の合成樹脂の使用量の削減の観点から、近年改めて注目されている。そこで、産業技術総合研究所の産業活性化人材育成事業に参加し竹粉とポリプロピレンとの混練技術の習得と混練物の評価手法の検討を行った。

混練時間を10分から20分に延長すると混練物の物性が大幅に低下した。原因究明のため、溶融粘度測定の結果を元にCrossモデルを用いたフィッティングを行い、竹粉の添加による粘度における非ニュートン性の変化の度合いを数値化した。また、示差走査熱量(DSC)測定によって竹粉の添加による造核効果を定量することができた。各種測定で検討すべき課題が残っているため、製品の物性評価方法の確立に向けて来年度以降も試験を継続する。

1 まえがき

ウッドプラスチックコンポジット(WPC)はバイオマス素材とプラスチック(樹脂)の混練物であり、バイオマス素材の有効活用という点から古くから研究されている。¹⁾近年では地球温暖化への対策として、化石資源由来のCO₂排出量を削減するためにWPCは脚光を浴びているが、社会実装を進展させるためには様々な物性要求に応える必要がある。先行してWPC製品が販売されている分野として住宅のエクステリアの応用が知られているが²⁾³⁾、物性面での制約が強くその製品分野は限定的である。自動車分野でもバイオプラスチックを主要部品に用いた製品⁴⁾は実用化されているものの、WPCを主要な部品に利用するハードルが高く、これまでの社会実装としてはCNFを用いたコンセプトモデルの開発⁵⁾などに留まり実製品の販売に至った例がなく、技術革新が望まれている。

近年のSDGs等への関心の高まりを受けて、高知県の企業でも県内の植物資源をWPCとして活用したいとの開発相談が増えており、高知県工業技術センターでは令和4年度よりプラスチック代替素材活用研究会を開催し、生分解性プラスチックの利活用やバイオマス材料を化石資源由来の樹脂に混練する技術について研究を開始している。

高知県工業技術センターでは過去に竹のハンドルの製造支援などを行ってきており⁶⁾、バイオマス材

料の利活用に関する知見はあるものの、樹脂との混練については知見が少ない。特に「バイオマス材料と樹脂の混練物の評価に樹脂の流動性や粘弾性の測定がどのように活用できるか」ということについては、現在でも未解明な事柄もあり学界、産業界で研究が進められている内容でもあることから⁷⁾⁸⁾、今後重点的に研究すべきものである。一般的に樹脂製品の成形においては、簡便に測定できるメルトフローレート(MFR)を流動性の指標にすることがある⁹⁾が、MFRは測定時のせん断速度が成形加工時のせん断速度よりも低く、MFRによって成形加工時における流動性の評価を行うことには疑問が残る。高知県内には樹脂の取扱いや成形加工のノウハウが少ない企業が多いため、測定容易な指標と物性の関連性が明らかになれば物性改善が進めやすくなり、県内企業の研究開発を後押しすることができる。

令和4年度の研究では、WPCの評価方法の選定に向けて、産業技術総合研究所が実施する令和4年度地域産業活性化人材育成事業に参加し、同研究所中国センターのセルロース材料グループの協力を得て竹粉とポリプロピレン(PP)の混練物を実際に作製し、引張・曲げ・衝撃試験、溶融粘度測定や動的粘弾性測定等を実施した。本報告では、同事業で得られたWPCの調製条件と各種レオロジー的パラメータの相関や物性との関係性についての結果を第一報として報告する。

* 国立研究開発法人産業技術総合研究所
中国センター 機能化学研究部門
セルロース材料グループ グループ長

2 実験方法

2.1 竹粉・木粉とポリプロピレンとの混練

2.1.1 試験の原料

バイオマス素材としては、竹粉とスギ、ヒノキの3種類を用いた。ただし、竹粉については熱水によって処理した粉体をそのまま用いて、アルカリ処理などリグニン等のセルロース以外の成分を厳密に取り除く処理は行わなかった。樹脂としてはポリプロピレン(住友ケミカル製、ノーブレン AZ564)を用いた。相溶化剤は当センターで現在研究に用いているもの1種類に統一して試験を実施した。

2.1.2 試験手順

竹粉、相溶化剤とPPをプラスチック容器に入れて均一化した後、トルクが制御値を超えないように少しずつローラーミキサー((株)東洋精機製作所製、機種:R60、チャンバー容量60mL、プレート形状:ローラー型)に投入し、表1の条件a~gのパラメータを設定して攪拌を行った。

条件aでは、反応温度を180℃、ブレードの回転数を60rpm、反応時間を10分としておりこれを基本条件として、ブレードの回転数と反応時間による混練物の変化を検討するため、b~eの条件で比較を行った。

表1 用いた混練条件の一覧

条件	ブレードの回転数 (rpm)	反応時間 (min)
a	60	10
b	90	10
c	30	10
d	60	20
e	60	5
f	下記説明参照	
g	下記説明参照	

加えて、条件fとして、事前に竹と相溶化剤を混ぜて反応温度を180℃、ブレードの回転数を60rpm、反応時間を5分で予備混練した後に、PPを加えて反応温度と回転数はそのまま継続して5分間混練を実施した。

さらに、条件gとして固相せん断による混練を行った。固相せん断は樹脂を溶融させない温度でせん断を印加して複合化させる方法であり、セルロースナノファイバー(CNF)などのバイオマス材料を樹脂と混練する際によく用いられる。今回は、将来的なCNFとの物性比較も見据えて、溶融混練との違いを

検討するため本条件を採用した。CNFと樹脂の竹粉とPPをジップロックに入れて手でよく混ぜて均一化した後、トルクが制御値を超えないようローラーミキサー((株)東洋精機製作所製、機種:R299、チャンバー容量200mL、プレート形状:ローラー型)に少しずつ投入した。トルクが100N・mで安定したところで原料投入をやめて、室温かつブレードの回転数を60rpm、反応時間を30分として攪拌を行った。その後、固相剪断処理物に相溶化剤を加えて、条件aの条件で溶融混練を実施した。

また、スギとヒノキについても条件aと同じ条件で混練物作製を行った。

各混練物の作製後、粉碎し粉砕物をバット容器に入れて105℃/2hにて加熱乾燥させた後、一晚真空乾燥させた後、小型射出成形機(Rambaldi社製、機種:Babyplast)によって、各試験用のサンプルを作製した。

各サンプルの寸法については引張試験片ではJIS K 7139のA23に相当するもの、曲げ試験についてはJIS K 7171の6.1.3に該当するもの、衝撃試験については、用意可能なもののうち、JIS K 7110の寸法に値が近くタイプAノッチが入ったものをそれぞれ表2のとおり作製した。

表2 作製したサンプルの寸法(mm)

試験名	幅	長さ	厚さ
引張	10	72	2
曲げ	68	10	3.5
衝撃	40	80	3.5

2.2 混練物の評価

2.2.1 ホットプレスによる評価

曲げ試験用の射出成形物1本または、引っ張り試験用の射出成形物2本を厚さ0.2mm程度のステンレス製の型(サンプル充填部は20cm程度の正方形の内側)に入れて、ポリエチレンのシートで挟み込んだ。最後に200℃のホットプレスによって、シート状に成形して竹粉大まかな分散状況を目視で確認した。

2.2.2 引張試験

試験はJIS K 7161に準拠して、オートグラフ((株)島津製作所製、機種:AGS-5KNG)によってサンプルを10mm/sにて引張ることで試験を実施した。各測定では作成できたサンプル数に応じて、4回または5回測定した。

2. 2. 3 曲げ試験

試験は JIS K 7171 に準拠して、オートグラフ((株)島津製作所、機種:AGS-5KNG)を用いて実施した。サンプル保持部の支点間距離を 50mm として、5mm/min の早さでサンプルに圧子を押し込み測定した。各測定は作製できたサンプル数に応じて、4 回又は 5 回測定した。

2. 2. 4 アイゾット衝撃試験

試験は JIS K 7110 に準拠してハンマー容量 1J の衝撃試験機((株)安田精機製作所製、機種:258 型デジタル衝撃試験機)で行った。測定値は各測定の結果は作製できたサンプル数に応じて、4 回又は 5 回測定した。

2. 2. 5 走査型電子顕微鏡(SEM)による評価

引張試験後の射出成形物を試験によって生じた破断面が上面にくるように真鍮台に固定して、FE-SEM((株)日立ハイテク製、機種:S-4800)で観測した。この際加速電圧は 1kV とした。なお観測時には、コーティング処理を行なわなかった。

2. 2. 6 溶融粘度測定

試験に用いるサンプル原料として 2. 1. 2 の条件 a を用いて、竹粉の配合割合を 10%、20%、40% の混練物を作製し、条件 d を用いて 40% の混練物を作製した。

作製した混練物を試験 2. 2. 2 の引張試験用のダンベル片として射出成形し、両端のチャック保持部分を適宜カットすることで直径 6mm×高さ 2mm の円板状のサンプルとし、回転式レオメーター(TA インストルメンツジャパン製、機種:AR-G2、プレートタイプ:パラレル)で測定した。この際、プレートギャップを 1mm で統一し、100mL/min で窒素パージを継続して測定温度を 190℃とした。

2. 2. 7 溶融粘弾性測定

測定機器と窒素パージ量は 2. 2. 6 と同様にして、以下の条件で測定を実施した。

(1) 応力一定での周波数依存性試験

応力を 100Pa に固定して、0. 1/s~100/s までのせん断速度区間を測定した。この際、マスターカーブ作製を目的に 170℃、180℃、190℃の 3 条件でそれぞれ各サンプルを測定した。低周波数域での測定に時間がかかることから、今回は 0. 1/s を最低値とし

た。

(2) 周波数一定での応力依存性試験

周波数を 6. 3/s に固定して、100Pa~10kPa まで応力を変化させ 190℃で測定した。

2. 2. 8 成形品の粘弾性測定

2. 2. 2 で用いた引張試験サンプルの中央部分をカットして直方体状のサンプルを作製し、-50℃から 120℃までの温度域でパーキンエルマー製 DMA8000 を用いて粘弾性測定を行った。この際の設定は以下のとおりである。

ジオメトリ: シングルカンチレバー

チャック間距離: 約 17. 8mm

周波数: 1Hz

変位: 0. 05mm

昇温速度: 5℃/min

2. 2. 9 示差走査熱量(DSC)測定

2. 2. 2 で作製した引張試験用のダンベル片から 5mg の試料をサンプリングし、示差走査熱量計(リガク製 DSC8231)を用いて 100mL/min の窒素気流下で融解前後の挙動の測定及び等温結晶化の測定を行った。

融解前後の挙動の測定については、1stRun として室温から 20℃/min で 200℃まで昇温し、熱履歴を消去した。その後、20℃/min で -20℃まで冷却する際に熱流を測定した。さらに、-20℃で 5 分保持した後 2ndRun として再度 20℃/min で 200℃まで昇温してこの際の熱流を測定した。

等温結晶化に関する測定についてはスタート温度を室温として 200℃まで 20℃/min で昇温し熱履歴を消去した。その後目的温度まで 60℃/min で冷却して温度を保持し、結晶化発熱が最大になるまでの時間を測定した。

3 結果・考察

3. 1 ホットプレスによる評価

いずれのサンプルでも、竹粉は良好に分散しており、異物はほとんど確認できなかった(図 1)。なお、写真下部の三つの穴は分析用のサンプルを採取した痕跡である。

全ての条件に共通して、ホットプレスによる目視可能な範囲では凝集がみられなかったことから、分散の評価方法としては不適で、mm オーダー以下の大ききで凝集を評価する必要があると考えられる。

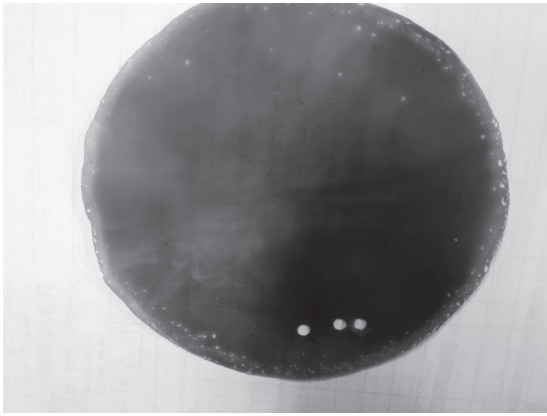


図1 条件dで混練したサンプル

3. 2 SEMによる評価

SEMによる破断面の観察では、全てのサンプルで竹粉らしき繊維を確認できた(図2)。場所によって、竹粉らしき繊維の周囲に破断の際に生じたと思われるベース樹脂のはく離が確認でき(図2 矢印)、相溶化剤によって竹粉とベース樹脂が接着していたことが示唆された。一方で、全体的にははく離が見られない箇所もあるなどばらつきが大きく、相溶化剤の影響など物性に関してSEM画像からの影響を評価することは困難であった。

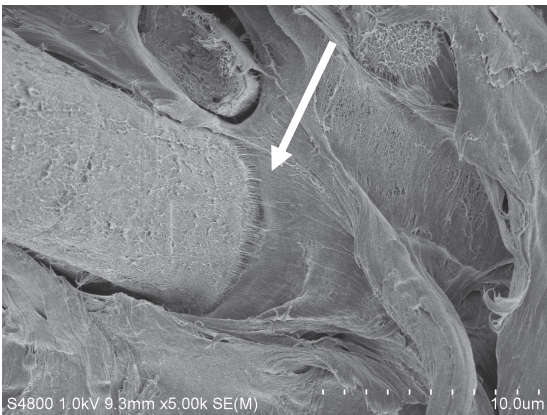


図2 条件aで作製した混練物のSEM画像
(5000倍拡大画像)

3. 3 引張試験

今回測定したサンプルの名前は、PP単独のものを「PP」として、竹粉とPPとの混練物については2. 1. 2での混練条件名をそのままサンプル名として表記した。また、スギとヒノキの粉体とPPの混練物については、木の名前をそのままサンプル名とした。これらの表記は以下3. 4以降の結果でも同様である。

図3に示すとおり、PPのみと比較すると全ての試験で向上が見られた。なお、本測定では測定初期で

滑りを生じて引張強度上昇の傾きが緩やかになっているサンプルでは、値が正常に算出できなかった。よって、この試験に限り、繰り返し測定中に弾性率を算出する範囲内で明瞭な変曲点が見られたサンプルの値を除いて平均値を算出している。

5分のサンプル(e)がやや高い弾性率を示し20分のサンプル(d)が低い傾向にあるが、滑りを生じていたことから有意差であるかは断定できない。また、それ以外では大きな変化は見られていない。

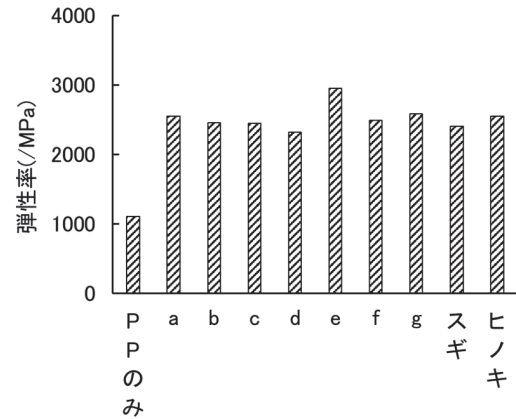


図3 混練物の引張試験弾性率

3. 4 曲げ試験

混練した全てのサンプルにおいてPPよりも弾性率が高くなっていることが有意に示唆された(図4)。相対的には、30rpmのもの(c)と20分のもの(d)がやや値が小さくなっており、引張試験と同ロットのサンプルから試験片を作成しているものの異なる傾向を示している。

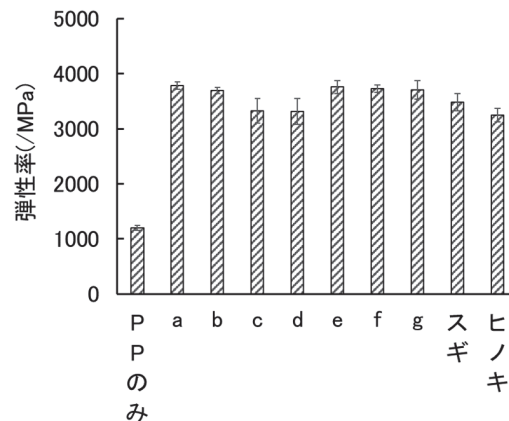


図4 混練物の曲げ試験弾性率

3. 5 衝撃試験

5分のもの(e)がPPのみよりも強くなり2段階処理したもの(f)、30rpmのもの(c)、固相せん断処理

したもの(g)もやや強くなっていた(図5)。一方、20分のもの(d)では顕著に強さが低下し、ベース条件のもの(a)や90rpmのもの(b)もやや低下が見られていた。

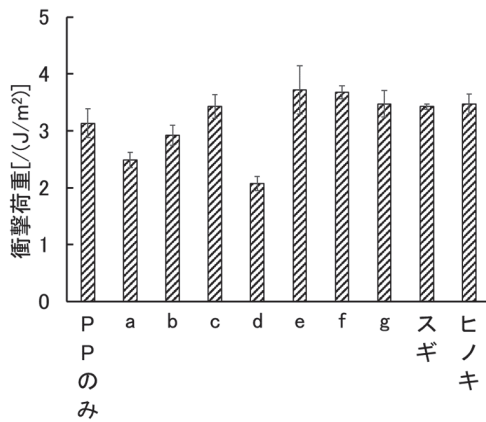


図5 混練物の衝撃試験結果

引張、曲げ、衝撃の各試験結果より、特に混練時間を長くすると物性が低下することが示唆されている。このため、竹粉の配合量に対する混練物の均一化の必要時間と処理による劣化を比べることで、最適な混練時間を別途検討する必要があると考えられる。また、竹粉の存在と物性低下の間の相関関係は不明であるものの、高温による竹粉の酸化とそれに伴うラジカルの発生によりPPの熱劣化が促進されていることが要因の一つではないかと考えられる。今後は、酸化防止剤による影響を確認することで物性改善に繋がるか検討する。

その他にも、試験ごとに異なった傾向がみられたものの、差は小さく明確に原因を検討するのは困難であった。また、2段階での混練や固相せん断による物性の変化も明瞭ではなく、手法として優位なものであるとはいえなかった。

3.6 熔融粘度測定

各測定の結果を図6にまとめて比較したところ、PPのみのサンプルの測定については0.1/s付近で粘度がほぼ一定となったことからゼロせん断粘度を算出できるが、竹粉を添加したサンプルは配合量にかかわらず0.1/s近傍では一定の値に収束しなかった。

また、通常粉体をPPに混合すると粘度が上昇するが、本測定では竹粉の配合量と粘度上昇が比例せず、かつ混練時間が長くなると粘度が低下していた。かつ、フローカーブは単純に上下にシフトせずせん断速度の上昇に対して粘度の低下が早く進行してい

る。

この傾向について、定量的な評価を行うため疑塑性流体のCrossモデル¹⁰⁾(式1)による評価を行ったところ、表3の結果となり竹粉の添加割合が40%になると η_0 と λ が指数関数的に増大した。ここで、 η は予想される粘度、 $\dot{\gamma}$ はせん断速度、 η_0 はせん断速度が0/sの時の推定粘度(外挿値)であり、 η_∞ はせん断速度の値が無限大である時の推定粘度(外挿値)である。また、 n はべき乗数であり、ニュートン流体からのずれを表し、これが0に近いほどニュートン流体に近くなる。一方、 λ は時間に関係する定数とされている。ただし、ここでは計算の簡略化のため、全てのせん断速度について同一式で表せると仮定し、温度についても考慮しないものとした。

なお、非修正のCrossモデルでは高せん断速度領域ではモデルと実測値間の乖離が大きくなることから、今回の結果は低せん断速度領域の物性が反映されていることに留意する必要がある。

$$\eta = \frac{\eta_0 - \eta_\infty}{1 + (\lambda\dot{\gamma})^n} + \eta_\infty \quad (1)$$

熔融粘度測定のCrossモデル¹⁰⁾の解析によると、一般的にニュートン流体ではべき乗数 n が0になるのに対して、測定値からの推定ではPPのみではおよそ $n=0.1$ となり、竹粉とPPの混練物の測定値ではおよそ $n=0.3$ となり、竹粉の混練によって樹脂そのものの粘度に関係する変化が発生したことが分かった。一方、竹粉の割合の変化によって n の値に大きな差がないことから、 n の変化は竹粉とPPの接触面積の増加、すなわち竹粉とPP間の相互作用によるものでないことが示唆される。しかし、竹粉が凝集している可能性もあるため、現時点で原因を決定するのは困難であった。

λ の値についてはCrossモデルにおいて、ブラウン運動に由来する構造的な結合切断速度に対する、せん断力に由来する結合切断速度の比に対応していると考えられている¹⁰⁾¹¹⁾。したがって、 λ の値の増加はせん断力に対して樹脂の粘度が下がりやすくなっていることを示すと考えられる。しかし、Crossモデルでは熔融粘度は、熔融した分子鎖間の相互作用にのみ依存する仮定で式を導出しているため、測定時に熔融せず固体である竹粉の増加がどの程度 λ の値に影響するかは不明である。Crossモデルが想定していないフィラー自体の粘弾性の影響によって、竹粉の配合割合が一定値を超えると、 λ の値が指数関数的に増大している可能性もある。

現状、 λ がPPの物性を反映していると仮定すると、粘度上昇の要因として(1)竹粉がフィラーとして機能して粘度を上昇させている、と粘度低下の要因として(2)混練中に竹粉由来の有機成分がPPの劣化を促進させている、の拮抗する2要因が働いている

可能性がある。この要因について、追加の考察ができるデータがないものの、竹粉を表面改質するなどした後に同一の配合割合で比較することで λ の値の試験的な意味を明らかにする予定である。

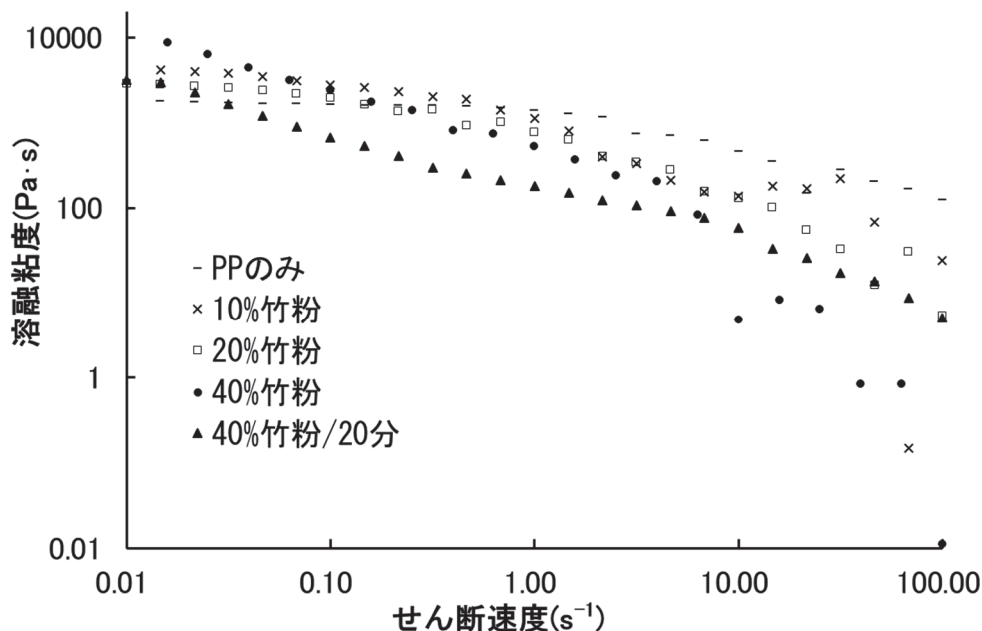


図6 せん断速度に対する溶融粘度のプロット

表3 Crossモデルによるフィッティング

竹粉の割合	$\eta_0/10^3$	η_∞	n	λ
PPのみ	1.7	110	1.1	0.33
10%	4.4	0	0.83	4.2
20%	3.3	0	0.73	5.7
40%	2.1×10^4	0	0.70	4.2×10^6
40%/20min	13	5.8	0.74	410

3.7 溶融粘弾性測定

3.7.1 応力依存性試験

各サンプルについて応力を変化させて貯蔵弾性率を測定したところ(図7)、竹粉10%と竹粉20%までで得られたカーブに大きな変化が見られず、竹粉40%では応力に対して貯蔵弾性率の低下が早く起こっている。

当初この試験を実施した意図は、竹粉の配合量と一定の相関があるとの研究¹²⁾があることから、出荷製品の配合量の確認への利用を検討したものであつ

たが、今回の結果では差が小さく精度も不明であることから、有意性について詳細な検討が必要であった。

3.7.2 周波数依存性試験

各サンプルについて周波数を変化させて粘度を測定させたものの、ひずみを固定していなかったことからカーブの形が歪み、全てのサンプルについてマスターカーブが作成できなかった。図8に代表例として竹粉20%の結果を示す。また、PPの融点とセル

ロースの熱分解を考慮して、測定に影響がないと推測される温度域として、170°C~190°C間において10°C間隔で3点測定を行ったが実測値を確認すると差が小さく、マスターカーブの情報量としては不十分であった。

今後は歪み一定条件に修正して、実施を検討しているものの、得られる知見の内容について溶融粘度測定との差別化が難しくあくまで情報収集の枠内にとどめるべきだと考える。

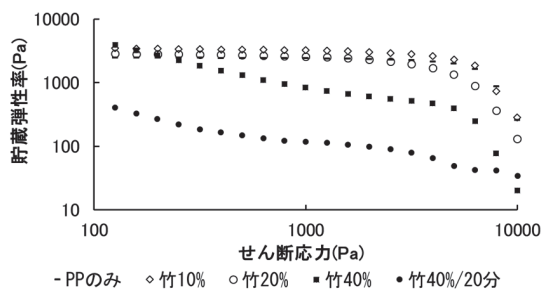


図7 応力に対する貯蔵弾性率のプロット

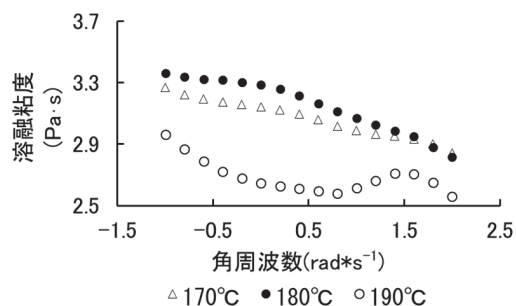


図8 角周波数に対する貯蔵弾性率のプロット

3.8 成形品の粘弾性測定

測定結果を図9に示す。溶融粘弾性測定とは異なり、本測定では低温域での測定となることからPPのガラス転移に対応する損失弾性率のピークが現れる。本測定では、竹粉40%のものだけがやや高温シフトが見られたものの、その他のサンプルはPPのみの結果と比較してピーク温度の差がほとんど見られなかった。

通常PPの分子鎖と竹粉との間に相互作用が発生している場合、分子鎖の運動が抑制されることからピーク温度は上昇すると予想される¹³⁾。しかし、分子量が低下すると反対にピーク温度が低下することから、今回の条件ではこの二つがほぼ相殺されて現れている可能性も考えられる。こちらについても、前述の表面改質竹粉を利用する試験で、追加の情報を収集する。

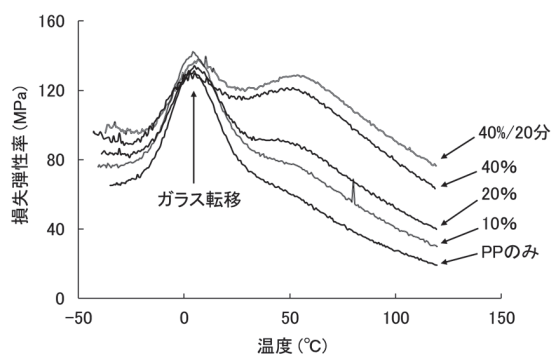


図9 温度に対する損失弾性率のプロット

3.9 示差走査熱量(DSC)測定

竹粉の量を増やすに従って昇温時の吸熱ピーク温度が低下しており(図10)、竹粉40%の際には混練時間を延ばすことでさらにピーク温度の低下が見られている。このピーク温度はPPの融点であることから、PPの結晶厚みが薄くなっていることが示唆された。分子量の低下も疑われるため、高温GPCによる分子量分布の測定を予定している。実際に分子量の低下が確認できた場合、酸化防止剤による効果を検証する予定である。

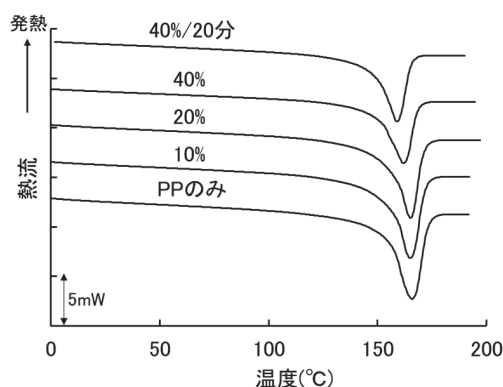


図10 昇温時のDSCスキャン

また、冷却時には(図11)竹粉を含んだPPの結晶化発熱のピークはPPのみのものに比べ高温側にシフトしており、竹粉を含んだPPの結晶化速度が上昇していることが推定される。

さらに、等温結晶化実験では(図12)、竹粉を含むPPは結晶化発熱のピークが現れるまでの時間(ピーク時間)が短くなり、結晶化速度の上昇を確認できた。竹粉の含有量が多いほどピーク時間が短くなる傾向が見られることから、竹粉が増核剤として働いていることが示唆された。

PPの結晶化が高まると成形物が硬くなり耐衝撃性を低下させると考えられるため、今後は竹粉の増

核効果を低減させる手法について検討する。

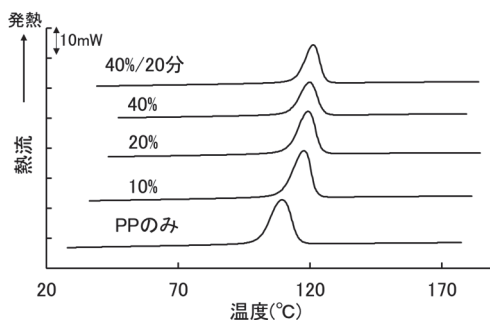


図11 冷却時のDSC スキャン

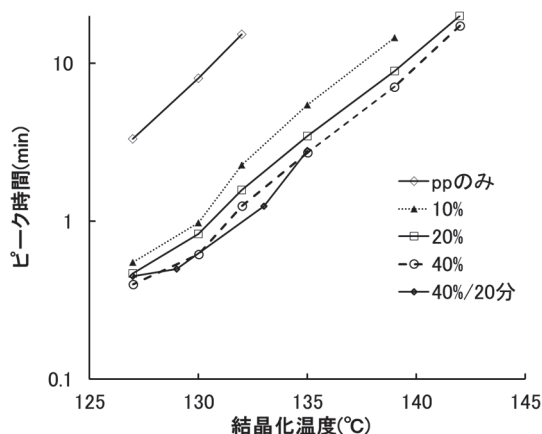


図12 結晶化温度に対するピーク時間のプロット

4 結論

各種物性試験の結果より、長い混練時間により物性が低下することから、工業プロセスでも混練時間をなるべく短くする工夫が必要であることが確認できた。その原因として、DSC 測定によって分子量の低下が原因として示唆された。熔融粘弾性測定による Cross モデルのフィッティングや等温結晶化試験によって判明した特性も含めて、今後の検討によって詳細を明らかにすることで樹脂混練物の評価方法の確立及び製品の性能改善に繋げる。

謝辞

本研究のうち2. 1のサンプル作製及び2. 2. 1～2. 2. 5までのDSC 測定と固体粘弾性測定以外の物性測定は、産業技術総合研究所の「令和4年度地域産業活性化人材育成事業」において、同研究所中国センターセルロース材料グループのもとで実施しました。丁寧にご指導していただきました榊原圭太先生、遠藤貴士先生、その他多くのグループメンバーの皆様に深くお礼申し上げます。

参考文献

- 1) 渡邊厚：木材工業、67(11)、(2012)466-469
- 2) 小林 正彦、松永正弘、神林徹石川敦子、山田昌郎：森林総合研究所研究報告(Bulletin of FFPRI) Vol. 21(462)、(2022)113-128
- 3) 一般社団法人日本建材・住宅設備産業協会、木材・プラスチック再生複合材部会、公式ホームページ中「WPRC の市場規模」、<https://wprc.info/image/data/marketsize.pdf>
- 4) 間瀬清芝：日本ゴム協会誌、81(9)、(2008)383-387
- 5) 京大生存圏研究所公式ホームページ中「環境省委託事業 Nano Cellulose Vehicle プロジェクト」紹介ページ <https://www.rish.kyoto-u.ac.jp/ncv/>
- 6) 鶴田望、山下実、篠原速都：高知県工業技術センター2012 研究開発&企業支援成果報告書、No. 8、(2013)54-56
- 7) Valentina Mazzanti and Francesco Mollica: *Polymers* 12(10)、(2020)2304
- 8) Manickam Ramesh *et al.*: *Polymers*, 14(3)、(2022)589
- 9) JIS K 7210-1:2014
- 10) Malcolm M. Cross: *Journal of Colloid Science*, 20、(1965)417-437
- 11) F.J. Galindo-Rosales, F.J. Rubio-Hernández, A. Sevilla and R.H. Ewoldt: *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 166(23-24)、(2011)1421-1424
- 12) H. Ito *et al.*: *Polym. Eng. Sci.*, 48(1)、(2007)168-176
- 13) 五十野 善信：日本ゴム協会誌、91(11)、(2018)415-420

Ⅱ 令和4年度高知県工業技術センター業務年報

1. 総説

1-1 沿革

昭和16年11月	高知県商工奨励館試験場から独立し、高知県工業試験場設立、化学、醸造、地下資源、機械の4部門設置
〃 18年3月	工芸部門が商工奨励館から移管
〃 19年1月	庶務部を設置
〃 19年8月	高知市棧橋通2-11-15に新設
〃 22年5月	高知県木工技術養成所を吸収し、木竹部を新設
〃 26年1月	金属機械部を設置
〃 36年4月	デザイン科を新設
〃 38年1月	増改築工事本館竣工
〃 38年4月	食品科を新設
〃 41年4月	技術相談室を設置
平成 2年3月	高知市布師田3992-3（現在地）へ新築移転
〃 〃 4月	高知県工業試験場を高知県工業技術センターに改称 同時に技術・公害相談室を企画情報室、化学科、窯業科を技術第1部、食品科を技術第2部、金属科、機械科を技術第3部、木材加工科、木材指導科、デザイン科を技術第4部に機構改革
〃 10年4月	高知県企業化支援センター設立
〃 11年4月	土佐山田分室設置。高知県産業構造改善支援センター設立
〃 13年4月	企画情報室を企画室に、技術第1部から技術第4部を資源環境部、食品加工部、生産情報部、材料技術部、に機構改革
〃 17年4月	企画室を研究企画部、食品加工部を食品開発部、生産情報部と材料技術部を生産技術部にそれぞれ再編して改称、土佐山田分室と高知県産業構造改善支援センターを森林技術センターに業務移管
〃 19年4月	研究企画部、食品開発部、生産技術部、資源環境部をそれぞれ課に改称
〃 23年3月	食品加工研究棟を新設
〃 30年4月	計量検定所を計量検定室として統合

1-2 土地及び建物 (令和5年3月31日現在)

(1) 庁舎

- ①位 置 高知市布師田 3992-3 (〒781-5101)
 ②敷地面積 13,757.76 m²
 ③建物面積 9,315.89 m²

名 称	構 造	面 積
本館棟	鉄筋コンクリート5階	3,833.15 m ²
技術研修棟	鉄筋コンクリート2階	777.19 m ²
機械等木材工芸棟	鉄筋コンクリート2階	2,387.46 m ²
機械金属実験棟	鉄骨ALC折板葺	299.39 m ²
木材加工実験棟	鉄骨ALC折板葺	377.47 m ²
食品加工研究棟	鉄骨平屋	195.75 m ²
渡り廊下	鉄筋コンクリート平屋	28.80 m ²
車庫棟	鉄骨ALC折板葺	107.21 m ²
産業廃棄物置場	鉄骨スレート平屋	6.00 m ²
危険物倉庫	鉄筋コンクリート平屋	10.00 m ²
物置場	鉄骨折板葺	43.20 m ²
特殊ガス、LPG棟	鉄筋コンクリート平屋	31.50 m ²
計量検定所	鉄筋コンクリート2階	462.77 m ²
技術交流実験棟	鉄筋コンクリート2階	756.00 m ²

(2) 本館内関係機関利用状況

階	室 別	面 積
4 階	(一社)高知県発明協会	211.30 m ²
4 階	(一社)高知県工業会	37.19 m ²

1-3 組織と分掌 (令和5年3月31日現在)

総務課 (3名内兼1名) 管理、運営全般に関すること

研究企画課 (4名) 試験研究、技術者養成、産学官連携、企画調整、成果普及、技術移転、企業化支援研究室 等に関すること

食品開発課 (8名) 食品素材、農水産加工品、醸造食品、バイオテクノロジー技術、食品加工システム 等に関すること

生産技術課 (8名) 電気・電子、メカトロ技術、情報技術、機械加工、金属材料、鋳造、表面改質 等に関すること

資源環境課 (8名) 化学工業技術、セラミックス、窯業、土石、環境技術、塗装技術、木材加工、プラスチック 等に関すること

計量検定室 (5名内兼1名) 計量法に定められた各種業務等に関すること

1-4 職員名簿

(令和5年3月31日現在)

課名	職名	氏名	備考
	所長	川北 浩久	
	副参事	河野 敏夫	海洋深層水研究所所長
	次長	石原 浩二	R4.4.1～
	次長	小松 立和	
	技術次長	島本 悟	
	技術次長(連携担当)	隅田 隆	
総務課	課長	石原 浩二	兼務
	チーフ	野島 慈	
	主幹	畠中 栄子	
研究企画課	課長	山本 浩	
	チーフ	毛利 謙作	
	主任研究員	殿山 真央	R4.4.1～
	研究員	瀧石 朋大	R4.4.1～
食品開発課	課長	森山 洋憲	
	チーフ(食品加工担当)	近森 麻矢	
	チーフ(食材応用担当)	加藤 麗奈	
	主任研究員	阿部 祐子	
	主任研究員	竹田 匠輝	R4.4.1～
	主任研究員	下藤 悟	
	主任研究員	甫木 嘉朗	R4.4.1～
	研究員	土居 睦卓	
生産技術課	課長	眞鍋 豊士	
	チーフ(機械加工担当)	土方啓志郎	
	チーフ(制御技術担当)	保科 公彦	
	主任研究員	村井 正徳	
	主任研究員	島内 良章	
	研究員	上田 竜平	
	研究員	中澤 亮太	
	専門員	今西 孝也	再任用
資源環境課	課長	山下 実	
	チーフ(環境技術担当)	伊吹 哲	
	チーフ(資源活用担当)	鶴田 望	
	主任研究員	岡崎 由佳	
	主任研究員	矢野 雄也	
	主任研究員	鈴木 大進	R4.4.1～
	主任研究員	堀川 晃玄	
	主任研究員	竹吉 優樹	R4.4.1～
計量検定室	室長	小松 立和	兼務
	チーフ	竹内 啓祐	
	主幹	久保 慶太	
	主幹	柏木 宏之	R4.4.1～
	専門員	小松 俊之	再任用

1-5 決算状況

歳入(特定財源)

款	項	目	節	決算額
				令和4年度
8. 使用料及び手数料				円 35,820,253
	1. 使用料	5. 商工労働使用料	(2)工業技術センター使用料	10,966,883 10,966,883 10,966,883
	2. 手数料	6. 商工労働手数料	(1)計量器検査等手数料 (3)工業試験手数料	24,853,370 24,853,370 6,352,360 18,501,010
9. 国庫支出金				632,404
	2. 国庫補助金	6. 商工労働費補助金	(3)工業振興費補助金 又は(4)産業技術振興費補助金	632,404 632,404 632,404
14. 諸収入				20,142,070
	6. 受託事業収入	1. 受託事業収入	(3) 産業技術振興受託事業収入	19,442,846 19,442,846 19,442,846
	8. 雑入	12. 商工労働部収入	(3)工業振興課収入	699,224 699,224 699,224
15. 県債				15,000,000
	1. 県債	6. 商工労働債	(1)工業技術センター施設整備事業債	15,000,000 15,000,000 15,000,000
合 計				72,293,951

歳 出

款	項	目	節	決算額
				令和4年度
7. 商工労働費	1. 商工費	3. 工業振興費		円
				468,478,255
				298,633,133
			(2)給料	170,458,731
			(3)職員手当等	75,330,697
			(4)共済費	52,843,705
				169,845,122
			(1)報酬	9,971,384
			(3)職員手当等	2,037,140
			(4)共済費	1,989,570
			(8)報償費	2,808,362
			(9)旅費	3,400,598
			(11)需用費	63,000,737
			(12)役務費	1,278,899
			(13)委託料	22,177,205
			(14)使用料及び賃借料	1,371,947
			(15)工事請負費	20,152,000
(18)備品購入費	40,892,500			
(19)負担金補助及び交付金	709,890			
(23)償還利子及び割引料	11,690			
(27)公課費	43,200			
12. 土木費				1,843,600
	6. 建築費			1,843,600
		3. 建築費		1,843,600
			(11)需用費	1,843,600
歳 出 合 計				470,321,855

2. 業務・事業の状況

2-1 研究開発及び技術支援

○可能性調査研究事業

- (1) 冷凍肉及び冷凍鮮魚介類の解凍・冷蔵時の品質劣化抑制手法の開発

○食品分野研究事業

- (1) 感性価値を高めた新規食品開発
- (2) 酵母ライブラリーの拡充と醸造特性の解析
- (3) メジカの高付加価値化に向けたヒスタミン管理と新規利用方法の開発
- (4) 巣ごもり対応食品の商品化促進に向けた研究開発
- (5) (新)フードテックによる有用バイオマスの研究開発
- (6) (新)効率的な地域食材加工品開発スキームの構築
- (7) (新)海外日本酒市場の多角的なニーズ分析によるソリューション支援

○ものづくり分野研究事業

- (1) 軽作業用協働ロボットの開発
- (2) 高機能耕運爪の耐久性を向上させる特殊熱処理技術の開発
- (3) 生産現場におけるデジタルデータの利活用に関する研究
- (4) プラスチックフィルム製袋(せいたい)プロセスの生産性向上に関する研究
- (5) 減圧加熱技術を用いた深層水塩の粒径制御および成分調整技術の構築
- (6) 消臭添加剤の開発
- (7) 自動車用ゴム製品向け CNF フィラーの開発支援
- (8) (新)AI 技術の自動運転台車への適用
- (9) アクションプラン支援

○公設試連携研究事業

- (1) (新)プラスチックとバイオマス材料を用いた複合材料の成形加工技術の開発
- (2) (新)県産植物バイオマス資源由来の機能性製品の開発
- (3) (新)CAE による熱カレンダープロセスの解析

○新技術普及事業

- (1) (新)カーボンニュートラル・グリーン化に関する分科会

2-2 企業化支援の推進

県内業界の技術開発支援や企業化を推進するため、国を始めとする様々な方面の提案公募型事業に企業や大学とともに積極的な挑戦を行い、技術開発に関する外部ファンドの獲得に努めた。

企業からの依頼分析、設備使用、技術相談など、日常的な技術サービスに迅速に対応するとともに、遠方からの問い合わせに対応するため、電子メールによるオンライン技術相談の活用を推進した。

また、主要な既設設備・機器を企業技術者に広く開放して利用拡大を図るため、設備利用についての広報に

努めるとともに、関連企業の品質管理、商取引上の証明、新製品開発のための分析試験を迅速に行いながら、企業の競争力向上を図った。

2-3 産学官の連携

高知県産業振興計画で推進する産学官連携事業における本県の取り組むべき研究テーマや共同研究推進の手法などについて検討し、具体的な研究の頭出しや大学、企業とのネットワークを構築させるコーディネートを行った。

また、各省庁や県内外の団体等との連携を深めるため、情報交換を積極的に行うとともに、企業等との連携コーディネーター役として、四国地域イノベーション創出協議会への参画を始めとする各種の支援活動を行った。

また、県内業界の技術開発支援や企業化を推進するため、国を始めとする様々な方面の提案公募型事業に企業や大学とともに積極的な挑戦を行い、技術開発に関する外部ファンドの獲得に努めた。

2-4 技術人材養成及び職員の資質向上

主に食品加工分野及び機械金属分野の企業技術者を対象に製造技術や品質管理を研修・指導するため、外部のアドバイザーや職員が講師となって、研修・指導を行い、産業の担い手となる製造技術者の養成を図った。

また、外部から登用した食品加工特別技術支援員が、職員とともに企業等の技術レベルに応じた技術相談、巡回指導、商品開発の支援を行った。

土佐 FBC 人材創出事業等の人材育成事業を積極的に推進するとともに、研修生受け入れ事業などにより、企業技術者の育成を図り、県内企業の研究開発力向上に努めた。

職員の資質向上のため、産総研での研修や支援事業を積極的に利用し、研究者としてのスキル習得に努めた。

2-5 技術サービス

企業からの依頼分析、設備使用、技術相談など、日常的な技術サービスに迅速に対応するとともに、企業の生産現場等へ出向いて熱処理や溶接などに関する技術指導、さらに最新の技術情報や研究内容等についての講習会を実施するなど、幅広い分野に対する技術関連サービスを適時開催した。

2-6 情報の収集、提供及び技術成果の普及

新鮮な情報をタイムリーに発信するため、当センターホームページを逐次更新し、国の支援施策や様々な講演会等の情報など企業にとって有益な情報を発信した。

また、研究や支援活動によって得られた成果は、研究開発・企業支援成果報告会やホームページ等を通じて普及を図った。

研究報告、研究開発&企業支援成果報告書等を発行するとともに、(公財)高知県産業振興センターの情報誌「情報プラットフォーム」に、センターの活動内容を掲載して積極的な広報活動を行い、センターの活動内容を広く知っていただくように努めた。

また、高校生を対象に工業技術体験セミナーの開催や研究開発現場の見学会等を行い、製造業の技術開発について興味を持っていただく活動も行った。

2-7 計量検定室

1 目的

計量法に基づき、計量関係事業の登録・届出の事務や各種特定計量器の検定・検査業務等を行うことにより、適正な計量の実施を確保する。

2 業務の概要

(1) 計量関係事業の届出・登録及び指定に関する業務

計量関係の事業を行おうとするときは、事業の種別に応じて、経済産業大臣や都道府県知事への届出又は登録が義務づけられており、届出等に関する事務を行うとともに、関係事業者への指導を行った。

計量関係事業者の状況

指定製造 事業者数	届出製造 事業者数	届出修理 事業者数	販売事業者 数	特定計量証 明事業者数	計量証明 事業者数	適正計量管 理事業所数
1	9	19	170	1	14	336

(2) 特定計量器の検定及び装置検査業務

取引や証明に使用される特定計量器は、指定検定機関が実施する検定等に合格することが義務づけられており、その特定計量器に応じた検定を行った。また、特定計量器によっては検定等の有効期限が定められており、有効期限を更新するための検定や装置検査を行った。

【特定計量器】

計量器のうち取引や証明、又は一般消費者の生活の用に使用される計量器のうち、法令に基づいてその構造や器差に係る基準を定める必要があるとされたもの（タクシーメーター、質量計（非自動はかり、分銅等）、体積計（水道・ガス・燃料油メーター等）、流速計、電力量計、照度計、騒音計、濃度計など18種）

検定等実施状況

タクシーメーター 装置検査	燃料油メーター	液化石油 ガスメーター	質 量 計
1, 171	615	21	—

(3) 基準器の検査業務

検定検査機関が検定や検査に使用する際の基準となる基準器（分銅など）は、有効期限が定められており、有効期限を更新するための基準器検査を行った。

検査実施状況

タクシーメーター 装置検査用基準器	基準分銅	液体メーター用 基準タンク	基準台手動 はかり
4	410	3	1

(4) 計量証明事業に使用する計量器の検査業務

計量証明（第三者からの依頼に基づいて、貨物の質量や物質の濃度などの測定結果を証明するもの）に使用する特定計量器は、特定計量器ごとに検査を受けるべき期間が定められており、この期間ごとの計量器検査を行った。

検査実施状況

質量計	濃度計	騒音計
5	3	1

(5) 特定計量器（質量計）の定期検査業務

取引や証明に使用される質量計は、2年ごとの検査が義務づけられており、県下全市町村（高知市を除く）を2分し、隔年ごとに市町村を巡回して質量計の検査を行った。

検査実施状況

検査戸数	検査器物数
1,026	3,161

(6) 計量に関する立入検査業務

不正計量を防止し、計量の安全確保を図るため、計量関係事業者の業務遂行状況や使用している特定計量器の管理状況などについて、関係事業所に立ち入って検査を行い、取り締まりや指導を行った。

立入検査実施状況（商品目量関係）

商品目量関係		燃料油メーター	指定製造事業者
検査店舗数	検査商品数	事業所数	事業所数
21	1,028	6	1

(7) 適正計量の普及啓発業務

適正な計量が秩序ある経済活動を維持し、安心して生活できる社会を支えていることを広く県民に理解してもらうため、消費者や計量関係団体、市町村の協力を得て、啓発ポスターの掲示や計量に関する図画の募集・表彰、消費者による一日計量指導員などの計量記念事業（計量記念日：11月1日、計量強調月間：11月）を行った。

図画応募総数
89

以上、所長以下6課室40名の体制で、商工労働部以外にも、産業振興推進部等の県庁各部や県内自治体、(一社)高知県工業会、(公財)高知県産業振興センター等の関係団体、大学等及び関係業界と連携を図りながら、県内産業界の技術支援機関として各々の業務を実施した。

3. 誌上・学会等発表

3-1 研究成果報告会

発表題目、発表者	開催日	参加者数
土佐まるごとビジネスアカデミー専科「シーズ・研究内容紹介」 主催：高知県・大学等連携協議会 第6回「県試験研究機関の研究・支援事例の紹介」 ○食品開発課 高知の新しい酒米「土佐麗」と高知酵母「CEL24」の特長 主任研究員 甫木 嘉朗 ○生産技術課 CAEによる熱カレンダーロールの熱と応力の連成解析と実証 主任研究員 村井 正徳 ○資源環境課 環境負荷の低い材料を使ったものづくり支援 主任研究員 堀川 晃玄	R5. 1. 8 ～25	19

3-2 論文発表

テーマ・著者	掲載誌
おいしさの定量化と機械学習 下藤 悟	日本農芸化学会会誌「化学と生物」第60巻・第11号
酒造好適米「土佐麗」の品種特性 甫木嘉朗・加藤麗奈・赤木浩介・坂田雅正・加藤翔子・糺谷啓仁・内山貴雄・高橋朋・村松久司・永田信治・上東治彦	日本醸造協会誌第117巻・12号

3-3 学会発表（ポスター発表含む）

発表題目	学会名	発表日	場所
（技術次長） 燃焼イオンクロマトグラフィによる石灰中の微量フッ素の分析とメカニズムの解析 隅田隆、八幡美和子、堀川晃玄、竹家均、伊吹 哲	日本分析化学会 第71年会	R4. 9.16	岡山大学
（資源環境課） 異なる海水で培養されたスジアオノリに含まれるβ-カロテン量の比較 鈴木大進、川北浩久、堀田敏弘、河野敏夫	海洋深層水利用学会	R4.10.26	オンライン

4. 技術サービス

4-1 依頼試験、機器使用

担当課	依頼試験		機器使用	
	受付件数	項目数	受付件数	項目数
総務課	—	—	30	31
食品開発課	99	429	212	1,196
生産技術課	66	2,837	276	1,082
資源環境課	327	2,815	534	1,563
合計	492	6,081	1,052	3,872

4-2 審査員派遣

審査会等名称	派遣日	主催	派遣者	会場
(所長・技術次長)				
事業戦略等推進事業費補助金審査会(1次募集)	R4. 5. 26	高知県産業振興センター	島本 悟	高知県ちばさんセンター
中小企業等外国出願支援企業選考審査委員会(1次)	R4. 7. 5	高知県発明協会	川北浩久	工業技術センター
第1回高知県製品等グリーン化推進事業費補助金	R4. 7. 13	高知県商工労働部工業振興課	隅田 隆	高知共済会館
事業戦略等推進事業費補助金審査会(2次募集)	R4. 7. 21	高知県産業振興センター	島本 悟	高知県ちばさんセンター
原油高騰緊急対策設備投資支援事業費補助金審査会	R4. 8. 25	高知県産業振興センター	島本 悟	高知県ちばさんセンター
生産性向上計画認定審査会	R4. 9. 7	高知県商工労働部工業振興課	隅田 隆	書面審査
中小企業等外国出願支援企業選考審査委員会(2次)	R4. 9. 16	高知県発明協会	川北浩久	工業技術センター
事業戦略等推進事業費補助金審査会(3次募集)	R4. 10. 13	高知県産業振興センター	島本 悟	高知県ちばさんセンター
令和4年度第1回防災製品認定審査会	R4. 10. 20	高知県防災製品関連産業交流会事務局	川北浩久	高知会館
中小企業等外国出願支援企業選考審査委員会(3次)	R4. 10. 31	高知県発明協会	川北浩久	工業技術センター
令和4年度第37回高知県地場産業大賞審査委員会	R4. 11. 28	高知県産業振興センター	川北浩久	高知ちばさんセンター
中小企業等外国出願支援企業選考審査委員会(4次)	R4. 12. 6	高知県発明協会	川北浩久	工業技術センター
高知県リサイクル製品等認定審査会	R5. 1. 26	高知県林業振興・環境部環境対策課	隅田 隆	保険衛生総合庁舎

審査会等名称	派遣日	主催	派遣者	会場
令和4年度第1回高知県下水汚泥有効利用検討委員会	R5. 2. 7	高知県土木部公園下水道課	川北浩久	高須浄化センター
原油高騰緊急対策設備投資支援事業費補助金審査会	R5. 2. 21	高知県産業振興センター	島本 悟	高知県ちばさんセンター
(食品開発課)				
高知県食品加工施設等整備促進事業費補助金	R4. 5. 24	高知県産業振興推進部 地産地消・外商課	森山洋憲	ちより街テラス
水産加工食品製造業技能実習評価試験	R4. 6. 17	全国水産加工業協同組合 連合会	阿部祐子	ソーレ
第1回高知県食品加工高度化支援事業費補助金審査会	R4. 7. 4	高知県産業振興推進部 地産地消・外商課	森山洋憲	高知共済会館
令和4年度県内酒造場庫内品質管理調査会	R4. 7. 26 7. 27 8. 1	安芸税務署 須崎税務署 高知税務署	甫木嘉朗 土居睦卓	安芸税務署 須崎税務署 高知税務署
水産加工食品製造業技能実習評価試験	R4. 8. 4	全国水産加工業協同組合 連合会	阿部祐子	ソーレ
第1回事業戦略策定支援会議	R4. 9. 9	高知県産業振興推進部 地産地消・外商課	森山洋憲	ちより街テラス
令和4年四国清酒鑑評会における品質評価会	R4. 9. 30	高松国税局	甫木嘉朗	高松国税局
第61回高知県酎酒研究会	R4. 11. 16	高知県酒審会	甫木嘉朗	ザクラウンパレス新阪急高知
水産加工食品製造業技能実習評価試験	R4. 11. 22	全国水産加工業協同組合 連合会	阿部祐子	ソーレ
第2回高知県食品加工高度化支援事業費補助金審査会	R4. 12. 13	高知県産業振興推進部 地産地消・外商課	森山洋憲	本町ビル
第7回高知県酒米品評会	R4. 12. 13	土佐酒振興プラットフォーム	甫木嘉朗	高知県農業技術センター
令和4事務年度全国市販酒類調査における品質評価会	R5. 1. 27	高松国税局	甫木嘉朗	高松国税局
第2回事業戦略策定支援会議	R5. 3. 3	高知県産業振興推進部 地産地消・外商課	森山洋憲	高知会館
令和5年吟醸酒研究会における品質評価会	R5. 3. 16	高松国税局	甫木嘉朗	高松国税局
令和4酒造年度県新酒鑑評会	R5. 3. 23	高知県酒造組合	甫木嘉朗 土居睦卓	高知県酒造組合
(生産技術課)				
高知県溶接技術コンクール総合審査会	R4. 6. 1	高知県 高知県溶接協会 高知県工業会	土方啓志郎	工業技術センター
令和3年度南国市技能功労者表彰審査会	R4. 10. 12	南国市	眞鍋豊士	南国市役所

4-3 技能検定（高知県職業能力開発協会主催）

検 定 名 称	派遣日	派遣者	会 場
電子機器組立て（電子機器組立て作業） 基礎級、随時3級	R4. 5. 7	島内良章 中澤亮太	(株)土佐電子
工場板金（機械板金作業）随時3級	R4. 5.18	村井正徳	(株)松村鉄工所
プラスチック成形（射出成形作業）随時 3級	R4. 5.25	村井正徳	睦月電気(株)
機械加工（マシニングセンタ作業）随時 3級	R4. 6.25	島本 悟	(株)松村鉄工所
電子機器組立て（電子機器組立て作業） 随時3級	R4. 7. 2	島内良章	(株)土佐電子
鋳造1級	R4. 7. 8	眞鍋豊士	(株)黒石鋳工所
機械検査3級	R4. 7.16	島本 悟 山本 浩	地域職業訓練センター
機械加工（普通旋盤）3級	R4. 7.16	毛利謙作	高知工業高等学校
機械加工（フライス盤）3級	R4. 7.16	毛利謙作	高知工業高等学校
機械加工（数値制御フライス盤）1級	R4. 8. 6	毛利謙作	ポリテクセンター
機械加工（普通旋盤）	R4. 8. 6	上田竜平	高知高等技術学校
機械加工（マシニングセンタ）1、2、 3級	R4. 8. 7	島本 悟	高知精工メッキ(株)
機械加工（数値制御旋盤作業）1級	R4. 8. 7	村井正徳	高知精工メッキ(株)
酒造（清酒製造作業）	R4. 8. 9	加藤麗奈 甫木嘉朗	司牡丹酒造(株)
機械検査	R4. 8.10	上田竜平	地域職業訓練センター
めっき（電気めっき）	R4. 8.20	矢野雄也	高知精工メッキ（株）
機械加工（普通旋盤）2級	R4. 8.26	村井正徳	高知工業高等学校
金属熱処理（実技試験）1、2、3級	R4. 8.28	眞鍋豊士 土方啓志郎	地域職業訓練センター
機械加工（普通旋盤）	R4. 9. 3	上田竜平	高知高等技術学校
電気機器組立て（電子機器組立て作業） 随時3級	R4. 9.10	島内良章	(株)土佐電子
機械加工（数値制御旋盤作業）基礎級	R4.11.18	村井正徳	(有)松村鉄工所

検 定 名 称	派遣日	派遣者	会 場
仕上げ（機械組立仕上げ作業）基礎級	R4. 12. 2	村井正徳	高知高等技術学校
電子機器組立て（電子機器組立て作業） 基礎級	R5. 1. 7	島内良章	(株)土佐電子
工場板金（機械板金作業）基礎級	R5. 1. 11	村井正徳	(有)松村鉄工所
油圧装置調整 1、2級	R5. 1. 14	山本 浩 村井正徳	地域職業訓練センター
パン製造 1、2級	R5. 1. 15	加藤麗奈	RKC 調理製菓専門学校
機械検査 3級	R5. 1. 21	島本 悟 山本 浩	地域職業訓練センター
工場板金（機械板金作業）2級	R5. 1. 21	村井正徳	(株)SEG
機械加工（普通旋盤）3級	R5. 1. 28	毛利謙作	高知工業高等学校
機械加工（普通旋盤）	R5. 1. 28	上田竜平	ポリテクカレッジ
プラスチック成形（射出成形作業）基礎 級	R5. 2. 8 3. 9	村井正徳	睦月電気(株)
金属プレス加工（金属プレス作業）基礎 級	R5. 3. 3	村井正徳	(株)ササオカ
機械加工（普通旋盤）基礎級	R5. 3. 10	上田竜平	(有)繁春鉄工所

4-4 技術指導アドバイザー派遣

分野	アドバイザー	派遣先	派遣日
食品加工	野村 明	四万十マヒマヒ丸企業組合	R4. 5. 9
		株式会社たけまさ商店	R4. 5. 10
		カワクボ FACTORY 株式会社	R4. 5. 20 R5. 2. 3
		株式会社美阿丸	R4. 6. 21 R4. 11. 30
		株式会社 ウェルカムジョン万カンパニー	R4. 7. 7
エネルギー 工学	近畿大学バイオ コークス研究所 (井田民男、森 岡千里)	井上石灰株式会社	R5. 1. 27

5. 人材養成・技術研修

5-1 人材養成研修、技術講習会

講習会名、講演題目	開催日	参加者数
(研究企画課)		
研究開発推進セミナー 「研究プロジェクトを成功させるためには」	R4. 7. 21	34
生産性向上セミナー	R4.10. 7	22
デジタル化推進講座 「デジタル化を進めるための第一歩」	R4. 9. 13	36
「DX アイデアソンワークショップ」	R4.11. 2	14
「デジタル化の必要性と展望」	R4.11.16	14
「デジタルで自社のビジネスがどう変わるのか」	R5. 1. 19	10
(食品開発課)		
地域食材活用のための加工食品試作研修 (B コース)	R4. 4. 11	3
	R4. 5. 11	3
	R4. 6. 20	2
	R4. 6. 23	5
	R4. 6. 26	24
	R4. 8. 31	2
	R4. 9. 1	2
	R4. 9. 29	3
	R4.10.18	1
	R4.10.21	4
	R4.11. 1	1
	R4.11.24	1
	R4.11.25	4
	R4.11.29	7
	R4.12.16	3
酒造技術研究会	R4. 5. 16	22
	R4. 8. 24	25
	R4. 9. 6	17
	R5. 3. 9	13
地産外商に向けた食品開発勉強会	R4. 7. 8	19
	R4. 8. 5	18
	R4. 9. 2	28
	R4.10. 7	16
(生産技術課)		
IoT 研修 ((株)垣内へのオーダーメイド研修)	R4. 4. 26	3
AI 研修 ((株)土佐電子へのオーダーメイド研修)	R4. 6. 3	3
組み込みマイコン研修 ((株)垣内へのオーダーメイド研修)	R4. 6. 29	4
CAE 体験研修-リアルタイム解析	R4. 6. 21	1
CAE 体験研修-構造解析	R4. 6. 22	1

講習会名、講演題目	開催日	参加者数
AI 研修 ((株)高知システムズへのオーダーメイド研修)	R4. 7. 8	6
組み込みマイコン研修 ((株)垣内へのオーダーメイド研修)	R4. 8. 19	4
3D モデリング & 造形セミナー	R4. 8. 3	4
材料工学論-熱処理の基礎	R4. 10. 19 R4. 10. 26	3
材料試験-材料試験 (全 2 回) (高知県中小企業団体中央会 令和 4 年度ものづくり担い手育成事業)	R4. 11. 16 R4. 11. 30	5
IE セミナー「モノづくりにおける作業効率化の手法」	R4. 11. 25	25
材料試験-金属組織 (全 2 回) (高知県中小企業団体中央会 令和 4 年度ものづくり担い手育成事業)	R4. 12. 7 R4. 12. 14	5
Docker 入門研修	R5. 1. 24	2
電気電子計測-EMC 試験システム利用研修	R5. 1. 26	11
AI 技術研修	R5. 1. 31	7
材料試験-金属成分分析 (高知県中小企業団体中央会 令和 4 年度ものづくり担い手育成事業)	R5. 2. 1	3
金属材料非破壊検査	R5. 2. 8	2
AI セミナー ～最近トレンドの AI 手法～	R5. 2. 17	14
(資源環境課)		
湿式分析-分析の基礎	R4. 5. 20	2
湿式分析-無機分析の基礎-原子吸光法・ICP 発光分光分析法	R4. 5. 27	3
X 線分析-X 線回折装置	R4. 9. 9	3
X 線分析-蛍光 X 線分析装置	R4. 9. 30	5
顕微鏡観察/異物分析-顕微 FT-IR	R4. 10. 7	4
顕微鏡観察/異物分析-電子顕微鏡	R4. 10. 14	3
顕微鏡観察/異物分析-デジタルマイクロスコープ	R4. 10. 21	1
ガス成分分析	R4. 10. 28	5
湿式分析-無機分析の応用-湿式分解処理による微量元素分析	R4. 11. 11	2

講習会名、講演題目	開催日	参加者数
プラスチック代替素材活用研究会	R4. 11. 17	10
	R4. 11. 24	19
	R4. 12. 1	15
	R4. 12. 8	2
	R4. 12. 15	12
	R4. 12. 22	13
	R5. 1. 19	13
	R5. 1. 26	21

5-2 講師派遣

(1) 大学等への派遣

大学等名称	派遣者	派遣期間
愛媛大学大学院連合農学研究科	甫木嘉朗	R3. 4. 1~R6. 3. 31

(2) 講習会等への派遣

講習会名、講演題目等	派遣者	派遣日	人数
(食品開発課)			
食品工学応用勉強会 2022 第3回「感知技術と分析手法(その1)」日本酒を題材とした研究事例の解説	下藤 悟	R4. 8. 4	16
日本農芸化学会中四国支部第42回市民フォーラム	下藤 悟	R4. 9. 14	38
搾汁作業講習会(ユズ搾汁のポイントと衛生管理について)	近森麻矢	R4. 10. 17	8
令和4年度普及指導員専門技術高度化研修(6次産業化I)	森山洋憲	R4. 6. 30	9
第25回シェアシマ商品開発セミナー	森山洋憲	R4. 10. 26	50
発泡酒アルコール測定研修	甫木嘉朗 土居睦卓	R4. 4. 11	2
高知県濁酒研究会 第15回全国どぶろく研究会コンテストの審査結果について どぶろく造りの基礎知識の復習・酵素について	下藤 悟 甫木嘉朗	R4. 6. 8	8
官能評価の基本とジアセチルの検知に向けた訓練	下藤 悟 甫木嘉朗	R4. 7. 21	2
現代応用生物科学講義 高知の酒造りと商品開発について	甫木嘉朗	R4. 10. 14	
令和4年度酒造講和会 今年度に配付している酵母の性質について	甫木嘉朗 土居睦卓	R4. 12. 2	14
高知高等技術学校主催 溶接実践講習6、半自動溶接学科	土方啓志郎	R5. 2. 17	3

5 - 3 研修生の受入

事業	所属	受入期間	人数
共同研究に関する学生の外部研究員としての受け入れ	高知大学	R4. 4. 6～R5. 3. 31	1

6. 産業財産権

○登録

登録年月日	登録番号	発明の名称	発明者名	共同 単独 の別	備 考
平成19年 5月18日	特許 第3955923号	真空、乾燥・濃縮装置	村井正徳	共同	兼松エンジニアリング(株)
平成20年11月21日	特許 第4218904号	ステアリングホイールに模様を転写する転写装置	篠原速都 山下 実 鶴田 望	共同	実施企業数1社 東海理化販売(株)
平成23年10月28日	特許 第4849578号	マイクロ波を利用した抽出装置	浜田和秀 村井正徳	共同	実施企業数1社 兼松エンジニアリング(株)
平成24年 1月13日	特許 第4899179号	ステアリングホイールに模様を転写する転写方法	篠原速都 山下 実 鶴田 望	共同	(株)東海理化クリエイト
平成26年 5月 9日	特許 第5531262号	凍結濃縮装置	森山洋憲	共同	高知工科大学
平成26年11月28日	特許 第5652890号	イオン収着材	篠原速都 伊藤 毅 隅田 隆 川北浩久 河野敏夫 山下 実 鶴田 望 岡崎由佳	単独	
平成26年12月19日	特許 第5667526号	複雑な形状のインモールド成形を行う方法、そのインモールド成形に使用する転写シート、および当該方法で形成された樹脂成形品	篠原速都 鶴田 望	共同	東洋機械金属(株)、(株)ミロク製作所
平成27年 1月 9日	特許 第5675572号	インモールド成形方法および当該方法で形成された樹脂成形品	篠原速都 鶴田 望	共同	(株)ミロク製作所、東洋機械金属(株)
平成28年 3月18日	特許 第5899604号	マイクロ波を利用したバイオマス再資源化装置	村井正徳 浜田和秀 近森麻矢	共同	実施企業数1社 兼松エンジニアリング(株)
平成28年 4月 1日	特許 第5906541号	ジンゲロール含有組成物	森山洋憲	共同	国立大学法人高知大学、有限会社川上食品、(株)高南メディカル、ひまわり乳業(株)、(株)ソフィ、藤田竜

登録年月日	登録番号	発明の名称	発明者名	共同 単独 の別	備 考
平成29年 7月28日	特許 第 6179779 号	樹脂フィルム及びこれを用いた突板シート並びに自動車内装部材	篠原速都 山下 実 鶴田 望	共同	日泉化学(株)
平成29年10月13日	特許 第 6221027 号	拡張現実感技術による計測器管理システム及びプログラム	今西孝也	共同	(株)オサシ・テクノス
平成30年 2月16日	特許 第 6288825 号	複合シート及びこれを用いた樹脂成形部材	篠原速都 山下 実 鶴田 望	共同	日泉化学(株)
令和 2年 4月16日	特許 第 6692474 号	漆喰材	河野 敏夫 矢野 雄也 堀川 晃玄	共同	実施企業数 1 社 田中石灰工業(株)
令和 2年 7月 8日	特許 第 6731231 号	自動充填方法	毛利謙作 刈谷 学	単独	
令和 2年 7月20日	特許 第 6736815 号	コンクリート片防護シート	堀川晃玄 村井正徳 刈谷 学 河野敏夫	共同	(株)西宮産業
令和 3年 5月11日	特許 第 6882730 号	ハマアザミ抽出物を含有する免疫調節用組成物	篠原速都 川北浩久 岡本佳乃 岡崎由佳 鈴木大進	共同	高知県公立大学法人
令和 3年12月13日	特許 第 6992772 号	フロンガスの分解方法及びその装置並びに水素の製造方法、フッ化カルシウムの製造方法及び燃料電池	河野敏夫 矢野雄也	共同	実施企業数 1 社 大旺新洋(株)、国立大学法人高知大学
令和 4年 1月12日	特許 第 7007663 号	クロモジ抽出物	篠原速都 川北浩久 岡本佳乃 岡崎由佳 鈴木大進	共同	国立大学法人高知大学、高知県公立大学法人
令和 4年 6月13日	特許 第 7088493 号	中空糸膜の洗浄方法	隅田 隆 伊吹 哲 矢野雄也 鈴木大進	共同	(株)太陽

7. 参考資料

7-1 主要設備

名 称	規 格	製 作 所	導 入 年 度
(食品開発課)			
くん製装置	SU-50F	大道産業(株)	H4
精米装置	SDB-2A小型醸造精米器	(株)佐竹製作所	H8
糖化蒸留装置	TM-50(糖化装置)、V-20S(蒸留装置)	(株)ケーアイ	H8
天然高分子用高速液体クロマトグラフ	PU-980 他	日本分光(株)	H9
紫外可視近赤外分光光度計	U-2001	(株)日立製作所	H13
デジタルマイクロスコープ	VH-8000	(株)キーエンス	H13
電熱オーブン	EBSPS-222B	(株)フジサワ	H15
小型高温高圧調理殺菌機	達人釜FCS-KM75	SANYO	H17
機能性成分高速分析システム	ACQUITY UltraPerformanceLC	日本ウォーターズ(株)	H21
スライサー	ECD-702型	榎村鐵工所	H21
微量香气成分定量装置	7890A (GC)、5975C (MSD)	GERSTEL社・Agilent社	H21
冷風乾燥機	DV-5P (乾燥野菜専用コンパクト型)	(株)ユニマック	H21
柑橘搾汁試験機	処理能力500kg/h	川島博孝	H21
パルパーフィニッシャー	HC-PF型	(株)サンフードマシナリ	H21
クリープメーター	RE2-33005B コントロールモデル	(株)山電	H21
果実洗浄装置	洗浄ライン：五条式	川島博孝	H21
微量成分分離分取高速システム	テールク600システム	日本ウォーターズ(株)	H22
機能性成分高速分析システム	X-LCシステム	日本分光(株)	H22
ポストカラム誘導体化HPLCシステム	ACQUITY UPLC H-Class	日本ウォーターズ(株)	H22
精油成分抽出用減圧蒸留装置	EXT-V40P06	兼松エンジニアリング(株)	H22
微粉粒磨砕機	MKCA6-2Jα	増幸産業(株)	H22
フリーズドライ	RLE II-103	共和真空技術(株)	H22
窒素分析装置	Kjeltec8400	FOSS	H24
脂肪酸分析装置	GC-2010plus	(株)島津製作所	H25
超急速凍結機	283L	ホシザキ電気(株)	H27
ヘッドスペース付きガスクロマトグラフ	7890B	アジレント・テクノロジー(株)	H27
迅速溶媒抽出装置	ST243Soxtec	FOSS	H29
ブライン凍結機	RF-10L	米田工機(株)	H29
生物顕微鏡システム	BX53F	オリンパス(株)	H29
味認識装置	TS-5000Z	(株)インテリジェントセンサーテクノロジー	H29
多感覚器分析システム機器	フラッシュGCノーズHERACLES II /HS/Sほか	アルファ・モス・ジャパン(株)	H29
スクリュープレス	MKSS-1特殊仕様	池田機械工業(株)	H29
分析天秤及び自動秤量システム	XPE205DRV	メトラー・トレド(株)	H29
スチームコンパクションオーブン	FSCCWE101G	(株)フジマック	R1
粘体充填機	パズル充填機RD703	(株)ナオミ	R1
小型調理殺菌装置	RCS-40SPXTG-FAM	(株)日阪製作所	R1
嗜好的機能特性評価システム	高速アミノ酸分析計LA-8080、 分光光度計UH5300	(株)日立ハイテクサイエンス	R1
自動ガス真空包装機	FVS II-500 II G	(株)古川製作所	R2
缶詰巻締め機	MVC4H	木村エンジニアリング(株)	R2
ガス置換カップシーラー	PM-500AS-G	第一パック機工業(株)	R2
超低温フリーザー	MDF-DU300H	PHC(株)	R2
高速大容量冷却遠心機	Mode17000	久保田商事(株)	R2
恒温振とう培養機	BR-180LF	タイテック(株)	R2
水分活性測定器	EZ-200	フロイント産業(株)	R2
ポータブル画像解析装置	Portable PITA PH-01 A/L	(株)セイシン企業	R2
低温乾燥機	FDD-12B	(株)ネスター	R2
LC-MS システム	X500R Q-TOF LC-MSシステム	(株)エービー・サイエックス	R3
(生産技術課)			
グラインディングセンタ	YBM-640V	安田工業(株)	H9
ワイヤカット放電加工機	FX-10	三菱電機(株)	H9
メモリレコーダ	8841	日置電機(株)	H11
FFTアナライザ	CF-3200J	(株)小野測器	H12
赤外線炭素硫黄同時分析装置	CS-444LS	LECO社	H13

名 称	規 格	製 作 所	導 入 年 度
固体発光分析装置	ARL 3460	ThermoELECTRON社	H16
金属組織検査試料作成装置	ラボプレス3、ラボホル6、ラボフォース3ほか	(株)丸本ストルアス	H17
ノイズコミュニティ試験装置	ESS-2000AXIほか	(株)ノイズ研究所	H20
金属顕微鏡システム	ECLIPSEMA200、SMZ1500	(株)ニコン	H21
乾式X線透過装置	SMX-3500	(株)島津製作所	H21
CNC輪郭形状測定機	SV-C4000CNCシステム	(株)ミツトヨ	H22
万能試験機	UH-F1000KNI	(株)島津製作所	H23
表面粗さ計	サーフテスト-501	(株)ミツトヨ	H23
冷熱衝撃試験機	TSA-72ES-A	エスベック(株)	H24
非接触三次元形状測定装置	COMET L3D-8M	Steinbichler社	H25
CNC三次元測定装置	CRYSTA-ApexS 122010	(株)ミツトヨ	H25
マイクロビッカース硬度計	HM-220D	(株)ミツトヨ	H26
小型電子顕微鏡	TM3030、SwiftED3000	(株)日立ハイテクノロジーズ	H26
ひずみ測定装置	EDX-200A-4H、UCAM-60B-AC	(株)共和電業	H27
超低温恒温恒湿試験器	EC-86LHHP	日立アプライアンス(株)	H27
CAE	Mechanical CFD Maxwell 3Dほか	ANSYS社	H29
インクジェット方式3Dプリンタ	AGLISTA-3200	(株)キーエンス	H29
振動試験装置	FH-26K/60	エミック(株)	R1
デジタルオシロスコープ	DSOS204A	キーサイト・テクノロジー(株)	R2
可搬型X線残留応力測定装置	SmartSite RS	(株)リガク	R2
伝導EMC試験システム	ESR3ほか	(株)テクノサイエンスジャパン	R4
(資源環境課)			
熱機械的分析装置	TMASS350	セイコー電子工業(株)	H5
遊星型ホルシ	P-5/4	フリッチ社	H13
水銀分析装置	マーキュリー/SP-3D	日本インストルメツ(株)	H18
精密万能材料試験機	AG-50kNIS型	(株)島津製作所	H18
恒温恒湿槽	PL-4KPH	エスベック(株)	H19
粒度分布測定装置	SALD-2200	(株)島津製作所	H19
高周波誘導結合プラズマ光源質量分析装置	7500CX	アジレント・テクノロジー(株)	H21
ガスクロマトグラフ質量分析計	JMS-Q1000GC Mk II	日本電子(株)	H21
走査電子顕微鏡	JSM-6701F	日本電子(株)	H21
ビートサンプラー	TK-4100型	東京化学(株)	H23
シーケンシャル型ICP発光分光分析装置	SPS3520UV-DD	エスアイイー・ナテクノロジー(株)	H24
フーリエ変換型赤外分光光度計	FT/IR-6600	日本分光(株)	H26
多機能性マルチモードプレートリーダー	Variaskan LUX multimode microplate reader	サモフィッシュサイエンティフィック(株)	H28
X線回折装置	Empyrean	スペクトリス(株)	H28
熱分析装置	Thermo plus EV02	(株)リガク	H29
デジタルマイクロスコープ	モニター一体型VHX-6000、SP1464	(株)キーエンス	H29
パイロライザーガスクロマトグラフ質量分析装置	EGA/PY-3030D、JMS-Q1500GC	日本電子(株)	H30
マイクロ波前処理装置	ETHOS EASY	マイルストーンゼネラル(株)	R1
原子吸光分光光度計	novAA800F	(株)アナリティクイエナ	R2
ICP発光分光分析装置	5800VDV、ICPOES	アジレント・テクノロジー(株)	R3
ライフサイクルアセスメントシステム	MiLCA v2	(一社)サステイナブル経営推進機構	R3
蛍光X線分析装置	ZSX PrimusIV	(株)リガク	R3
衝撃試験機	IT	(株)東洋精機製作所	R3
溶融樹脂流動性測定装置	No. 120-FWP	(株)安田精機製作所	R3
多軸混練攪拌システム	ラボプラストミル3S150	(株)東洋精機製作所	R4

7-2 補助事業等

年度	項目	事業名	事業費 (千円)	補助金等 (千円)	部課名	備考
R4	設備拡充 ・伝導EMC試験システム	公設工業試験研究所の 機械設備拡充補助事業	23,980	15,986	生産技術課	2/3補助（公益財団法人JK A）
	プラスチックとバイオマ ス材料の複合材料成形加 工技術の開発	公設工業試験研究所等 が主体的に取り組む共 同研究	3,239	2,159	資源環境課	2/3補助（公益財団法人JK A）
	小規模酒造でも実施 可能な超短期的かつ 自在な新酒開発事業 の創出	高知県産学官連携産業 創出支援事業	798	798	食品開発課	高知大学からの 受託研究
	ししとうの収穫時リ アルタイム高精度AI 選果装置の開発	「戦略的スマート 農業技術等の開発 ・改良」に係る試 験研究	600	600	生産技術課	農業・食品産 業総合研究機 構
	公設試験研究機関機 能強化事業 ・衝撃試験機用ハン マー ・多軸混練攪拌シス テム	令和3年度新型コ ロナウイルス感染 症対応地方創生臨 時交付金事業（令 和4年度納入）	16,665	16,665	資源環境課	内閣府

7-3 人事異動

(令和5年4月1日付)

○転入・内部異動等

氏名	新所属及び職名	旧所属
深瀬 昭	次長兼計量検定室長	企業誘致課チーフ（誘致第一担当）
山本 浩	技術次長（連携担当）	研究企画課長
山下 実	研究企画課長	資源環境課長
鶴田 望	資源環境課長	資源環境課チーフ（資源活用担当）
小松 立和	計量検定室 チーフ（再任用）	次長兼計量検定室長（退職）
保科 公彦	研究企画課 チーフ	生産技術課チーフ（制御技術担当）
竹内 宏太郎	生産技術課 チーフ（制御技術担当）	工業振興課チーフ （ものづくり支援担当）
矢野 雄也	資源環境課 チーフ（資源活用担当）	主任研究員
隅田 隆	専門員（再任用）	技術次長（連携担当）
横飛 里美	総務課 主任	道路課 主任
上田 竜平	主任研究員	研究員
中川 大輔	計量検定室 主査	計画推進課 地域支援企画員

○転出等

氏名	新所属及び職名	旧所属及び職名
毛利 謙作	工業振興課 チーフ （ものづくり支援担当）	研究企画課 チーフ
竹内 啓祐	安芸林業事務所 チーフ（総務担当）	計量検定室 チーフ

氏 名	新所属及び職名	旧所属及び職名
畠中 栄子	教育センター 総務企画部チーフ (総務担当)	総務課 主幹
今西 孝也	専門員 (再任用)	専門員 (退職)
小松 俊之	療育福祉センター 専門員 (再任用)	専門員 (退職)

令和4年度高知県工業技術センター報告第54号
令和5年11月1日 印刷発行

〒781-5101 高知市布師田3992-3

編集兼
発行所 高知県工業技術センター

Kochi Prefectural
Industrial Technology Center

印刷所 西 富 膳 写 堂

この資料は再生紙を使用しています。

