



道總研

ISSN 2189-1230

CODEN HOKSA 9

北海道立総合研究機構 工業試験場報告

Reports
of
Hokkaido Research Organization Industrial Research Institute

(No.321)

2022

地方独立行政法人 北海道立総合研究機構
産業技術環境研究本部

工業試験場

北海道立総合研究機構工業試験場報告 (No.321) 2022

目 次

一般論文

- | | | | |
|---|-------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1 | ハイパースペクトルカメラを用いた作物病害判別に有効な分光反射特性の解析 | 本間 稔規, 岡崎 伸哉, 山名 利一 …………… | 1 |
| 2 | 高度な衛生管理のためのAI食品検査システムの開発 | 本間 稔規, 岡崎 伸哉, 飯島 俊匡 ……………
大橋 浩, 國田 勲 | 9 |
| 3 | 作物育種向けドローン空撮画像解析ツールの開発 | 飯島 俊匡, 浦池 隆文, 林 峻輔 ……………
伊藤 壮生, 岡崎 伸哉, 本間 稔規
今岡 広一, 中川 浩輔, 小林 聡
五十嵐秀成, 大西 志全, 木内 均
品田 博史, 熊谷 聡, 山下 陽子 | 17 |
| 4 | 多様な食品に対応したハンドリング技術の開発 | 井川 久, 川島 圭太, 宮島 沙織 ……………
中西 洋介 | 25 |
| 5 | レーザー照射による黒色ジルコニア材の表面改質 | 中嶋 快雄, 戸羽 篤也, 飯野 潔 …………… | 31 |
| 6 | ブラシめっき用低温ニッケルめっき液の開発 | 齋藤 隆之, 坂村 喬史, 櫻庭 洋平 …………… | 39 |
| 7 | ユーザー中心設計のための試作活用技術に関する研究 | 印南 小冬, 万城目 聡, 安田 星季 ……………
大久保京子, 高木 友史 | 47 |

研究ノート

- | | | | |
|---|-------------------------|------------------------------------------------------------------|----|
| 1 | XRデバイスを活用した作業学習コンテンツの開発 | 神生 直敏, 安田 星季 …………… | 53 |
| 2 | 非焼成硬化技術による徐放性肥料の開発 | 執行 達弘, 森 武士, 野村 隆文 …………… | 57 |
| 3 | 深共晶溶媒を用いた反応及び抽出プロセス開発 | 吉田誠一郎, 松嶋景一郎, 近藤 永樹 ……………
小川 雄太, 明本 靖広, 若杉 郷臣
富田 恵一, 稲野 浩行 | 61 |

CONTENTS

Regular Paper

- 1 Analysis of Spectral Reflection Characteristics for Detecting Crop Diseases using Hyperspectral Camera 1
Toshinori HONMA, Shin'ya OKAZAKI, Toshikazu YAMANA
- 2 Development of AI Food Inspection System Aiming toward Advanced Sanitation Control 9
Toshinori HONMA, Shin'ya OKAZAKI, Toshimasa IIJIMA,
Hiroshi OHASHI, Isao KUNITA
- 3 Development of a Drone Aerial Image Analysis Tool for Plant Breeding 17
Toshimasa IIJIMA, Takafumi URAIKE, Shunsuke HAYASHI,
Soki ITO, Shin'ya OKAZAKI, Toshinori HONMA
Koichi IMAOKA, Kousuke NAKAGAWA, Satoshi KOBAYASHI,
Hidenari IGARASHI, Shizen OHNISHI, Hitoshi KIUCHI,
Hiroshi SHINADA, Satoshi KUMAGAI, Yoko YAMASHITA
- 4 Development of Handling Technology for Various Kinds of Foods 25
Hisashi IGAWA, Keita KAWASHIMA, Saori MIYAJIMA,
Yohsuke NAKANISHI
- 5 Surface Modification of Black-Zirconia Plates by the Laser Beam Irradiation 31
Yoshio NAKAJIMA, Atsuya TOBA, Kiyoshi IINO
- 6 Development of Low Temperature Nickel-plating Solution for Brash Plating 39
Takayuki SAITOU, Takashi SAKAMURA, Yohei SAKURABA
- 7 Study on Prototype Utilization for User-Centered Design 47
Kofuyu INNAMI, Akira MANJOME, Seiki YASUDA,
Kyoko OOKUBO, Tomohito TAKAGI

Research Note

- 1 Development of Work Learning Content using XR Devices 53
Naotoshi KAMIO, Seiki YASUDA
- 2 Development of Slow-release Fertilizers using Non-Firing Solidification Technology 57
Tatsuhiko SHIGYO, Takeshi MORI, Takafumi NOMURA
- 3 Development of Reaction and Extraction Processes by Deep Eutectic Solvents 61
Seiichiro YOSHIDA, Keiichiro MATSUSHIMA, Hisaki KONDOH,
Yuta OGAWA, Yasuhiro AKEMOTO, Motoomi WAKASUGI,
Keiichi TOMITA, Hiroyuki INANO

一 般 論 文

Regular Paper

ハイパースペクトルカメラを用いた 作物病害判別に有効な分光反射特性の解析

本間 稔規, 岡崎 伸哉, 山名 利一*

Analysis of Spectral Reflection Characteristics for Detecting Crop Diseases using Hyperspectral Camera

Toshinori HONMA, Shin'ya OKAZAKI, Toshikazu YAMANA*

抄 録

農作物の生育管理において病害の発生は農作物の収穫量や品質に大きく影響するため、発生状況を確認し適切な対策を取ることが重要である。病害を判別できる熟練農業従事者の減少が進む中で、目視確認作業の重要性はIPM（総合的病害虫管理）の普及とともにさらに高まってきている。一方、可視光から近赤外光の波長範囲の分光画像を一度に網羅的に撮影可能な可搬型のハイパースペクトルカメラが開発され、これまで難しかった屋外での分光計測が可能になってきている。このハイパースペクトルカメラを用いることで、人の目では判別しづらいわずかな色の差や、可視光より波長の長い近赤外光領域の情報が得られるため、より高度な病害虫被害検出への応用が期待されている。本研究では、ハイパースペクトルカメラで撮影したデータに対して機械学習を適用し、作物病害を判別する技術を開発した。りんごの腐らん病やてん菜の褐斑病に適用し、良好な結果が得られた。

キーワード：ハイパースペクトルカメラ, 機械学習, りんご腐らん病, てん菜褐斑病

Abstract

In crop management, proper actions for preventing crop damage by pests and diseases are important. Without those actions, the yield and the quality of agricultural products are severely affected. Although the population of skilled farmers with ability of discriminating crop disease decrease, the role of visual inspection become more important to make integrated pest management (IPM) to put into practical use. In recent years, handheld hyperspectral cameras capable of acquiring spectral images from visual range to near infrared (NIR) has been developed and commercialized. These hyperspectral imaging devices are expected to be utilized in agricultural fields for detecting crop damage by pests and diseases those are not inspected easily. In this study, we developed a technology to discriminate crop damage by pests and diseases by analyzing the data from hyperspectral camera with machine learning techniques. We obtained good results by this technology at detecting apple Valsa canker and Cercospora leaf spot of sugar beet.

KEY-WORDS : Hyperspectral camera, Machine learning, apple Valsa canker, Cercospora leaf spot of sugar beet

1. はじめに

農作物の生育管理において病害の発生は農作物の収穫量や品質に大きく影響するため、発生状況を確認し適切な対策を取ることが必要である。病害を判別できる熟練農業従事者が減少する一方、IPM（総合的病害虫管理）の普及に伴い目視確認作業の重要性はますます高まってきている。IPMに

よる管理では予防、判断、防除の3つのアクションが基本である。

予防、防除では様々な手段が用意されているが、「判断」については、最終的に農家による現場確認に大きく依存しており、IPMを効果的に運用する上での課題となっている。一方、可視光から近赤外光の波長範囲の分光画像を一度に網羅的に撮影可能な可搬型のハイパースペクトルカメラが開発

*道総研中央農業試験場, Central Agricultural Experiment Station, Hokkaido Research Organization

事業名：経常研究（理事長枠）

課題名：ハイパースペクトルカメラを用いた作物病害虫被害判別に有効な分光反射特性の解析

され、これまで難しかった屋外での分光計測が可能になってきている。このハイパースペクトルカメラを用いることで、人の目では判別しづらい色の差や、見ることができない近赤外光領域の情報が得られるため、より高度な病害虫被害検出への応用が期待されている¹⁾。本研究では、農作物の病害をハイパースペクトルカメラで撮影し、そのデータを解析することにより病害検出を行う技術を開発した。

2. ハイパースペクトルカメラ

圃場での農作物のハイパースペクトルデータ収集にはハイパースペクトルカメラSpecim IQ (SPECIM, SPECTRAL IMAGING LTD.製) (図1)を用いた。波長範囲は400~1000nm、波長分解能7nmである。1回の撮影で取得できるハイパースペクトルデータのサイズは512×512×204 (空間x軸, 空間y軸, 波長軸)であり、カメラ内部に駆動機構を備えたラインスキャン方式で撮影され、ENVI (Environment for Visualizing Images) 形式で保存される。データ取得時間は撮影環境の明るさにより10~30秒程度を要するため、基本的に撮影時は三脚が必要である。



図1 ハイパースペクトルカメラ Specim IQ

3. データ収集を行った作物／病害

作物病害と防除方法を表1に示す。防除方法は作物病害の

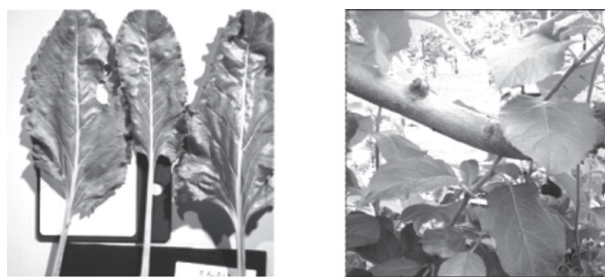
表1 作物の病害と防除方法
(着色した項目は本報告中に記載した作物／病害)

作物	病害	病害個体のサンプリング	対策
てん菜	褐斑病	健全個体に病原菌を接種	発病前から薬剤散布
馬鈴しょ	疫病	健全個体に病原菌を接種、または、まん延ほ場に設置したポット苗	発病前から薬剤散布
小麦	うどんこ病	圃場での自然発生個体	小麦の抵抗性と生育時期に対応した薬剤散布
小麦	赤さび病	圃場での自然発生個体	小麦の抵抗性と生育時期に対応した薬剤散布
てん菜	ヨトウガ被害	圃場での自然発生個体	被害株率50%で薬剤散布
馬鈴しょ	モザイク病	圃場での自然発生個体、または、ポット苗にウイルスを接種	発見次第、罹患個体を除去
りんご	腐らん病	圃場での自然発生個体	発生部位を物理的に削り取る
りんご	黒星病	圃場での自然発生個体	発病前から薬剤散布

種類により異なる。表1に示す作物／病害のうち、てん菜／褐斑病、馬鈴しょ／疫病、馬鈴しょ／モザイク病、小麦／うどんこ病、小麦／赤さび病については、伝染のしやすさから発病前、あるいは発病初期において判別すべき病害であるため、健全な作物に対し、病原菌、あるいはウイルスを接種して時系列でのデータ取得を行った。

りんご／腐らん病、りんご／黒星病、てん菜／ヨトウガ被害については、伝染速度は速くないため発生状況に応じて対応することが可能な病害である。そのため、これらについては圃場での自然発生個体を対象とした。

以上のように、本報告では病変部検出の解析対象として、てん菜／褐斑病とりんご／腐らん病を取り上げた (図2)。



てん菜／褐斑病 りんご／腐らん病
図2 データ収集を行った作物／病害の一部

4. 圃場におけるハイパースペクトル撮影の最適化

ハイパースペクトルカメラで圃場の作物を撮影する場合、様々な要因によりハイパースペクトルデータの品質が低下する可能性がある。屋外撮影においては天候による日射の変動や風による作物の揺動が大きく影響すると考えられる。そこで本研究では、撮影対象の作物の葉に入射する太陽光角度の影響についての評価、また、風による葉の揺動の補正方法についての開発を行った。

4.1 葉に対する入射光角度の影響の評価

曇天や快晴など、天候の変化による太陽光照明の変動 (分光放射特性、拡散特性) が圃場で取得するスペクトルデータに影響を及ぼす。特に、葉のスペクトル情報の多くは拡散反射成分に含まれ、光源の影響が支配的になる正反射成分にはほとんど含まれない。快晴の場合は正反射成分が多くなることから、スペクトル品質が低下することが考えられる。そこ



図3 イメージング分光器とEM-CCDカメラ

で、葉に入射する光線の角度の違いがスペクトルデータに与える変動について評価を行った。この実験は、室内に設置した、光学系の条件を制御可能な装置を用いて行った。実験装置の検出部の分光測定装置としてイメージング分光器 (Specim Inspector V10C) と高感度EM-CCDカメラ (Andor Technology DL-658M) を用いた (図3)。照明にはハロゲンファイバー光源を使用し、光源の射出部にテレセントリックイルミネータを配置してサンプルに平行光を照射する構造とした。ハロゲンファイバー光源とイメージング分光器の光学系は拡散反射測定で一般的に用いられる45°照明・0°受光の光学系とした (図4)。

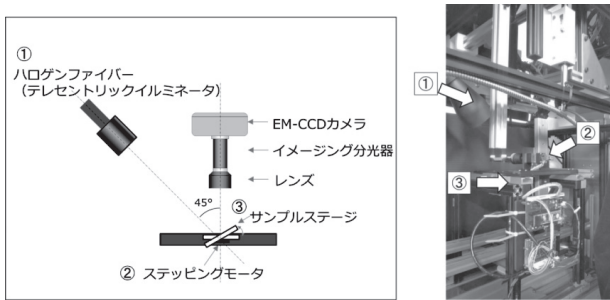


図4 計測光学系

計測に用いる葉は表面が平らになるようにサンプルステージに挟んで固定した (図5)。サンプルステージは照明の光軸とイメージング分光器の光軸の交点を中心とし、照明の光軸に対して垂直な軸 (図4において紙面に垂直方向) 周りをステッピングモータによる駆動機構により角度を0° (水平位置) から45°まで5°ずつ回転させて計測した。計測サンプルには光沢が弱い馬鈴しょ (品種: スノーマーチ) と光沢が強いてん菜を用いた (図6)。角度に対する吸光度の変化を図7に示す。この図より、角度が22.5°付近 (図中の矢印部分) で吸光度が最小となった。吸光度が小さくなるということはすなわち反射率が大きいということであり、光沢の高いてん菜の方がより顕著であった。

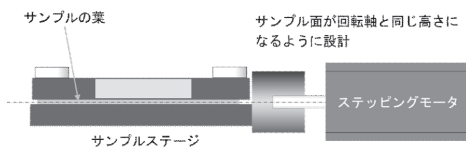


図5 サンプルステージの構造

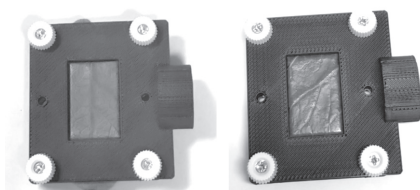


図6 計測サンプル
(左: 馬鈴しょ, 右: てん菜)

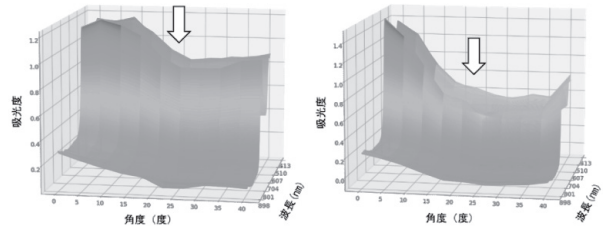


図7 葉面への入射光の角度を0°~45°で変更して計測した吸光度
(左: 馬鈴しょ, 右: てん菜)

次に、光の入射角度の変化に対する葉の吸光度スペクトルへの影響について評価した。比較対象として、0° (水平位置) のサンプルステージにおける葉面中心付近の121スペクトルの平均吸光度とその標準偏差を用いた。馬鈴しょの結果を図8に、てん菜の結果を図9に示す。図8に示す馬鈴しょでは葉面に対する光の入射角度を変えた場合と葉面中心の121スペクトルとでわずかに差があるものの、スペクトルの形状は類似していた。一方、図9に示すてん菜については、葉面に対する光の入射角度を変化させて取得したデータの方が平均の吸光度スペクトル、標準偏差ともに大きく変化した。

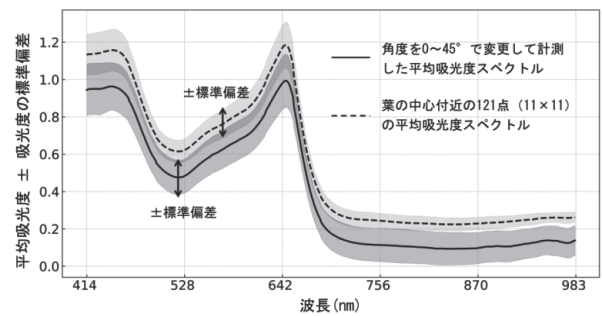


図8 葉面への入射光角度を変更して計測した平均吸光度と標準偏差 (馬鈴しょ)

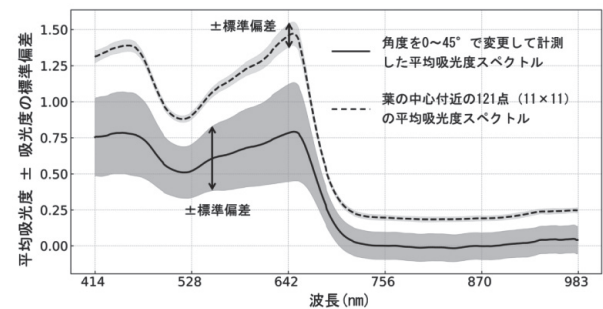


図9 葉面への入射光角度を変更して計測した平均吸光度と標準偏差 (てん菜)

これは、馬鈴しょの場合はほとんど拡散反射成分の吸光度となっているためであり、てん菜の場合は光沢が強いため、拡散反射成分よりも正反射成分の影響が大きくなったのが原因と考える。以上より、光沢の弱い馬鈴しょの葉の場合は快晴時でもスペクトル品質の低下は少ないが、光沢の強いてん菜の場合はスペクトルの誤差が大きくなるため、葉の成分の非

破壊定量分析への影響も大きくなることがわかった。しかし、いずれの場合もスペクトルのピーク位置は変わらないため、病害判別の目的では日射角度の影響は少ないと考えられる。

4.2 風による葉の揺動の影響

ハイパースペクトルカメラでは1フレームの撮像で空間軸と波長軸の2次元のデータを取得する。これを先の空間軸に対して直交する方向にスキャンすることで2次元の空間軸と波長軸で構成される3次元のハイパースペクトルデータを得る。Specim IQの場合、空間軸(図10の画面の縦ライン)を右から左にスキャンさせてハイパースペクトルデータを取得する。そのため、データ取得開始から完了までには時間を要する。Specim IQの撮像時間は照明環境にも依存し10~30秒程度かかることから、圃場での撮影では風による葉の揺動により正確なデータ取得が困難となる。

そこでSpecim IQのファインダー用カラーカメラの画像と、ハイパースペクトルデータから生成した画像間でagast画像特徴量²⁾によりマッチングを行い、2つの画像間の対応点を求めた(図11)。その対応点の座標から変換行列を求め、抽出した葉の輪郭部分の領域が重なるように補正する手法を開発した(図12)。しかし、揺動の方向がスキャンする方向と平行である場合、スキャンの向きと反対側に葉が動くとその部分のデータは取得できず、一方でスキャン方向と同じ側に葉が動くとその同じ部分のデータが連続して取得されることになるため、その方向の動きに関しては補正が困難であることがわかった。この影響を低減する方法として、圃場での撮

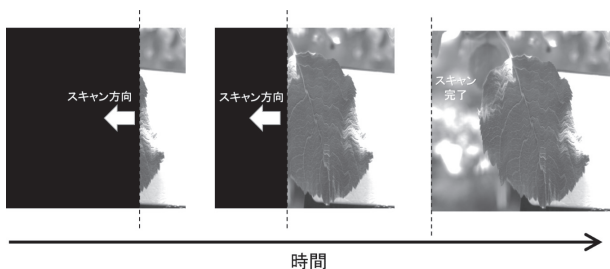


図10 ハイパースペクトルカメラのデータ取得



図11 ハイパースペクトルデータから生成した画像とファインダ画像の特徴量

影時に対象作物の左右に防風用の板を配置すること、さらに、日射以外の照明を追加することで撮影速度を向上させることなどが考えられる。

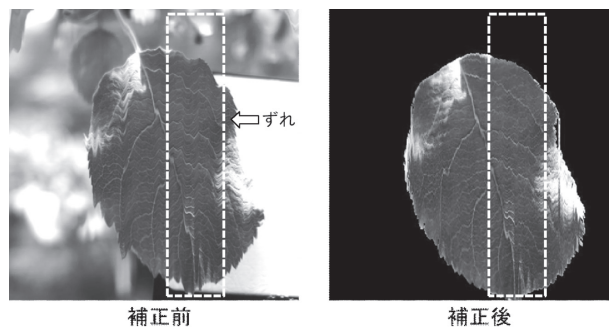


図12 風の揺動による葉のずれを補正

5. 機械学習による作物病害判別

作物の病害を判別する機械学習手法として、取得可能なデータセットの内容により、「教師あり学習」または「教師なし学習」の2通りの手法を適用できる。教師あり学習の場合は正解値のラベルが付与されたデータセットが必要である。一般的に、ばらつきが多いデータやハイパースペクトルデータ(204波長の多変量データ)のように変数(波長数)が多い多次元データの場合、判別精度を高めるためにはラベルごとに多数のデータが必要となる。一方、教師なし学習は入力データのみから機械学習モデルを作成する方法であり、データに内在する本質的な構造を抽出するために用いられる。多数の正常なデータの中から少数の異常データを検出する異常検知では、多数の正常データの構造を抽出することで、正常とは構造が異なる異常値を判別することができる。

今回対象とするりんごの腐らん病については病変部に一定の大きさがあり、多数の病変部データが得られる。このことから、教師あり学習の手法であるランダムフォレスト⁴⁾を用いて病変部判別モデルを開発した。一方、てん菜の褐斑病については、葉に発生する初期の病変部がスポット状であり、それ以外のほとんどの部分が正常である。このように病変部の教師データがわずしかか得られないため、ランダムフォレストのような教師あり学習の適用は難しい。そこで正常データのみを用い、教師なし学習手法の主成分分析(Principal Component Analysis³⁾、以下、PCA)をベースとした異常検知アルゴリズムによる病変部判別モデルを開発した。

5.1 ランダムフォレストによるりんご腐らん病検出

りんご樹木の枝や幹に発生する腐らん病について、2019年から2021年に中央農業試験場において収集したハイパースペクトルデータを用いて病変部判別モデルの開発を行った。教師データは、目視で確認した病変部の位置をハイパースペク

トルデータと同時に撮影されるカラー画像にマーキングすることにより作成した。そのマーキング部位を参照し、病変部に含まれる領域の一部を病変部位として指定した。また、対照として、健全部の一部の領域を健全部位として指定した。図13に示す2019年5月29日のデータでは、健全部、病変部それぞれ951スペクトル、726スペクトルを取得できた。教師データとして健全部、病変部の吸光度（図14、15）もしくは吸光度の二次微分スペクトルを用い、ランダムフォレストにより判別モデルを構築した。この判別モデルにより健全部と病変部を判別した結果を図16に示す。吸光度スペクトル、吸光度二次微分スペクトルのどちらを用いても健全部、病変部の検出ができた。このりんご腐らん病の判別モデルについては、教師データ以外の未知サンプルの樹木に対しても良好に判別できることを確認した。

以上の結果から、ハイパースペクトルカメラによりりんご腐らん病の検出が可能であることがわかった。今後、現場への普及を進めていくためにはコストの低減化とデータ取得時間の短縮化、さらに使いやすさが課題となる。低コスト化をはかる方法として、多眼式分光イメージングセンサ³⁾のような複数の分光画像を取得するマルチスペクトルカメラを用いる方法がある。りんごの腐らん病に対して数バンドの波長で十分な検出能力が得られるのであれば低コスト化、リアルタイム化を実現することが可能となる。そこで、ランダムフォレストによる判別モデル構築過程で求められる、特徴量の重要度（feature importance）を用いて、病変部判別に寄与する波長を調べた。その結果、660～750nmの間の波長領域の寄与が大きく、それ以外の波長領域の寄与は小さいことがわかった（図17）。この波長領域のみの吸光度二次微分スペクトルを入力データとして使い、改めてランダムフォレストにより判別モデルを構築したところ、全ての波長を使った場合と同様の結果が得られた（図18）。以上の結果からマルチスペクトルカメラによるシステム構築の可能性が得られた。

5.2 異常検知手法によるてん菜褐斑病の検出

てん菜褐斑病などの防除では、遅くとも発病（病斑発生）直後すぐに薬剤を散布しなければならないため、病斑発生の初期か、あるいは発病前に予測できることが望ましい。発病部位は元々健全な葉であること、また発病初期には病斑部の数が少なく訓練用のデータセットの作成が難しいことから、教師なし学習のPCAによる異常検知の手法を用いた。てん菜の褐斑病のサンプルについては、病原菌を健全な葉に接種して作成した。発病前から時系列でハイパースペクトルデータを収集し、病斑部の初発以前の段階から病斑部の検出が可能かを試みた。供試したてん菜（図19）では2021年10月29日に最初の病斑部が発生し、続いて11月1日、11月2日に発生した（図20）。今回のサンプルでは図21の白枠で囲んだエリア（10月29日に発生した部位）を対象に解析を行った。解析で

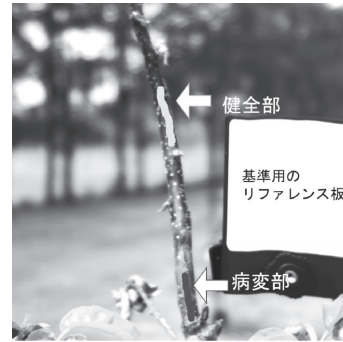


図 13 りんご樹木の健全部と病変部の位置を指定

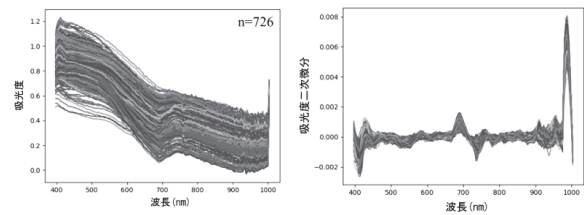


図 14 りんご樹木病変部全体の吸光度スペクトル（左）
吸光度二次微分スペクトル（右）

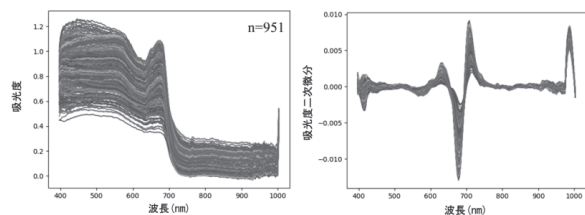


図 15 りんご樹木健全部全体の吸光度スペクトル（左）
吸光度二次微分スペクトル（右）



図 16 ランダムフォレストによる健全部と病変部の判別結果
（左：吸光度スペクトルによる結果）
（右：吸光度二次微分スペクトルによる結果）

は、大部分が健全部である葉のスペクトルデータをPCAにかけ、主成分スコアを求める。大部分を占める健全部は性質が似ているため、そのスコアは一定のクラスタを形成する。一方、健全部と性質が異なる病斑部のスコアは健全部のクラスタから離れた位置に形成される。健全部と病斑部のスコアを判別するには、適切な識別境界面を設定することが必要で

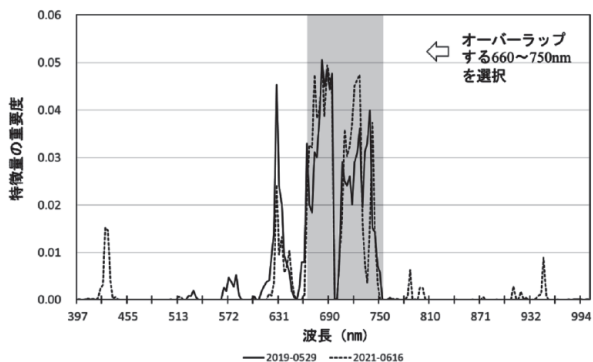


図 17 各サンプルについてランダムフォレストで求めた特微量の重要度の重複部分の波長を選択



図 19 てん菜サンプル

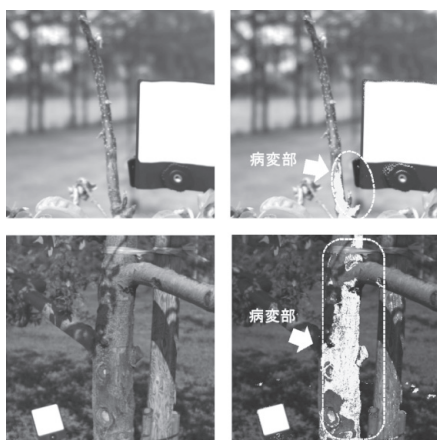


図 18 660 ~ 750nm の波長範囲のデータについてランダムフォレストで予測した病変部位 (上: 2019年5月29日のデータ, 下: 2021年6月16日のデータ)

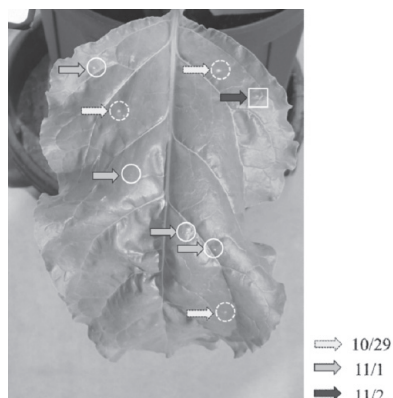


図 20 褐斑病の病斑部の位置と初発日

ある。この識別境界面は1-class SVM (サポートベクターマシン)⁶⁾、Local Outlier Factor (LOF: 局所外れ値因子法)⁷⁾の2通りの手法を用いて求めた (図22)。以上の処理を病斑の発生以前の10月21日のデータに対して行ったところ、これから病斑が発生する位置では異常は検出できなかったが (図23左)、病斑発生後の11月3日のデータに対しては検出することができた (図23右)。今回のてん菜の褐斑病については、1-class SVMでは病斑部以外の箇所も検出しているが、LOFの場合は病斑部分を正確に検出していることから、1-class SVMよりもLOFの方が高精度な結果が得られた。以上から、病斑部は初発の小さい状態から検出可能であったが、病斑部発生以前の検出は困難であることがわかった。



図 21 病斑部検出対象の領域を設定 (白枠で囲んだ領域)

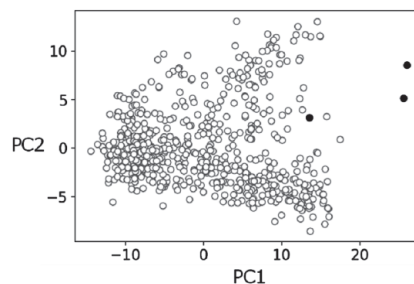


図 22 PCA および LOF を適用して異常部位を検出 (図中の黒丸部分が異常部位)

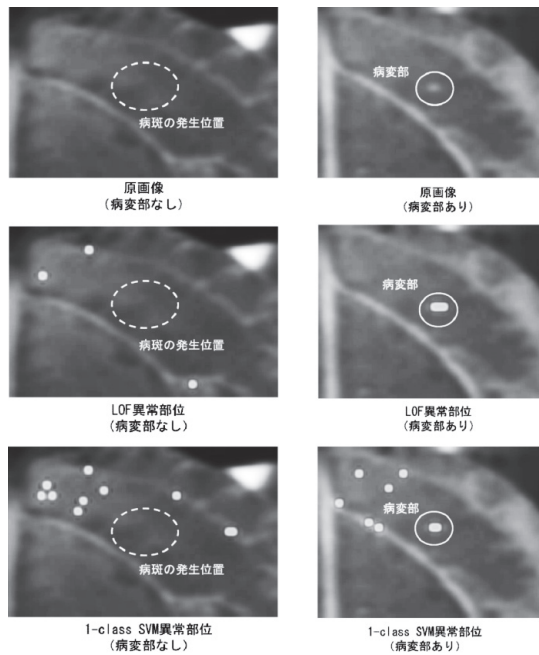


図23 てん菜褐斑病の検出結果
 左：病斑発生前、右：病斑発生後
 図中の白い部分が病斑と判別した位置

6. おわりに

可搬型のハイパースペクトルカメラを用いて作物病害虫被害の判別手法の開発を行った。圃場でのデータ収集の最適化については、ハイパースペクトルデータの品質低下につながる日射の影響の評価と、風による作物の揺動により生じる空間軸でのスペクトルデータの位置ずれを補正する技術を開発した。さらに、病変部の面積が大きく、健全部と病変部の両方を含んだ教師データが用意できる対象に対しては教師あり学習のランダムフォレスト、また病変部のデータが少ない対象に対しては教師なし学習のPCA、1-class SVM、LOFなどを用いた病変部判別手法を開発した。さらに、これらの手法をりんごの腐らん病やてん菜の褐斑病に適用し、良好な結果が得られた。

ハイパースペクトルカメラが小型化されたことで農業現場での応用が可能となってきたが、普及を進めるには未だ高価である。今後は本研究で得られた知見をもとに、判別に重要な波長範囲を絞り込み、複数波長のバンドパスフィルタを搭載した現場向けのマルチスペクトル検査装置の開発へと展開していく予定である。

引用文献

1) Behmann, J., Acebron, K., et.al, Specim IQ: Evaluation of a New, Miniaturized Handheld Hyperspectral Camera and Its Application for Plant Phenotyping and Disease Detection. Sensors

(2018), 18, 441.
 2) Mair, E., Hager, et.al, Adaptive and generic corner detection based on the accelerated segment test. Computer Vision ECCV (2010), Springer, 183-196.
 3) Wold, Svante, Kim Esbensen, and Paul Geladi. "Principal component analysis." Chemometrics and intelligent laboratory systems 2.1-3 (1987) : 37-52.
 4) Breiman, Leo. "Random forests." Machine learning 45.1 (2001) : 5-32.
 5) 本間稔規, 岡崎伸哉, 他: 食品検査用分光イメージングシステムの開発, 北海道立総合研究機構工業試験場報告 No.315 (2016)
 6) B. Schölkopf, A. Smola, et.al, New support vector algorithms. Neural Computation, 12,(2000), 1207-1245.
 7) Breunig, Markus M., et.al, "LOF : identifying density-based local outliers." Proceedings of the 2000 ACM SIGMOD international conference on Management of data. (2000)

高度な衛生管理のためのAI食品検査システムの開発

本間 稔規, 岡崎 伸哉, 飯島 俊匡, 大橋 浩*, 國田 勲*

Development of AI Food Inspection System Aiming toward Advanced Sanitation Control

Toshinori HONMA, Shin'ya OKAZAKI, Toshimasa IIJIMA,
Hiroshi OHASHI*, Isao KUNITA*

抄 録

食品工場では異物混入の発生を未然に防ぐために設備、作業員への教育など衛生管理を徹底して行っている。このような徹底した対策を行ってもやはり異物混入の可能性があることから、製造工程の途中や製品出荷前にX線異物検査装置や金属検出機などの検査装置による全数検査が行われている。しかし、人毛などの低密度、非金属異物についてはこれらの検査装置では検出が難しく、目視検査工程が不可欠である。

そこで本研究では、作業員や検査員が行っている煩雑な目視検査の代替を目指し、マルチスペクトル画像と機械学習の組み合わせによる食品異物検出技術の開発を行った。具体的には、センシング機能として産業用CMOSカメラと組み合わせた多眼式分光イメージングセンサ、取得した分光画像データを用いて異物検出を行う機械学習アルゴリズム、またレトルト包装された食品を対象とした搬送機構を持つ異物検査試作機の開発を行った。

キーワード：多眼式分光イメージングセンサ、機械学習、異物検査

Abstract

Detection of foreign matter must be conducted for every food products in food factory. It is very important to prevent occurring contamination incidents, therefore, various countermeasures such as making employees to take training on sanitation control, and introducing inspection machines are executed. The inspection machines such as X-ray detectors, metal detectors have difficulty in detection low density, non-metal substances such as human hair, insects and so on, thus visual inspection is absolutely necessary. In this research, Multi-aperture spectral imaging sensor configured with CMOS camera and multispectral optical system along with foreign matter detection algorithm utilizing machine learning techniques were developed, and implemented in prototype inspection machine for vacuum packaging food products.

KEY-WORDS : Multi-aperture spectral imaging sensor, Machine learning, Foreign matter inspection

1. はじめに

食品工場が発生する可能性がある危害要因のうち、異物混入については全数検査が必要である。異物混入製品の出荷を防止するためにX線異物検査装置や金属検出機などの検査装置の導入が進められている。しかし、人毛などの低密度、非

金属異物については、これらの検査装置では検出が難しく、目視検査工程が不可欠である。さらにHACCP(食品の安全性を確保するための衛生管理手法)に沿った衛生管理の導入が制度化されたことにより、作業しながらセンサのモニタリングやデータの記録などますます業務が煩雑になってきている。こうしたことから人手不足が深刻な道内食品製造業にお

*株式会社 安西製作所 北海道支店, Anzai Manufacturing Co.,Ltd. Hokkaido Branch

事業名：公募型研究

課題名：食品製造工程の自動化技術の開発「衛生管理の高度化のためのAI食品検査システムの開発」

いて生産性の維持・向上を図るには、目視検査の省力化技術の開発が必要となる。本研究では、作業者や検査員が行っている目視検査の代替を目指し、マルチスペクトル画像と機械学習の組み合わせによる食品異物検出技術の開発を行った。具体的には、センシング機能として産業用CMOSカメラを用いる多眼式分光イメージングセンサ、取得した分光画像データを用いて異物検出を行う機械学習アルゴリズム、またこれらを組み合わせ、レトルト包装された食品を対象とした搬送機構を持つ異物検査試作機の開発を行った。

2. 多眼式分光イメージングセンサの開発

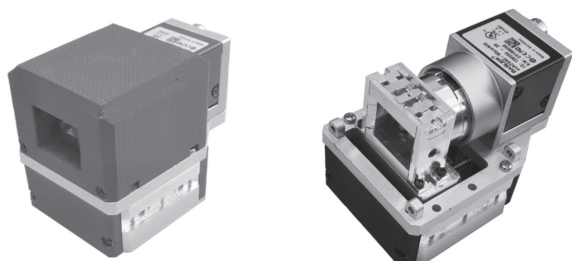


図1 多眼式分光イメージングセンサ
(左：外観，右：内部構造)

表1 多眼式分光イメージングセンサの主な仕様

カメラ	
CMOSカメラ	basler acA2040-90umNIR
イメージセンサ	ams 製 CMV4000 NIR-enhanced
画素数	2048 × 2048
フレームレート (fps)	90
インターフェイス	USB3.0
レンズ	直径4mm, 焦点距離12mm, アクロマティック
取り付け可能光学フィルタ	
光学フィルタ (バンドパス, 波長可変)	semrock チューナブルバンドパスフィルタ
波長 (nm)	561, 617, 697, 796, 900
半値全幅 (nm)	11~14 (フィルタにより異なる)
フィルタ可変角度 (度)	0~45
波長可変範囲 (nm) (45度)	50~80 (フィルタ種類により異なる)
光学フィルタ (バンドパス)	semrock バンドパスフィルタ
波長 (nm)	920, 940, 975
半値全幅 (nm)	10

複数の光学フィルタを用いて任意の波長の画像を取得可能な多眼式分光イメージングセンサを開発した (図1, 表1)。本センサは産業用CMOSカメラと多眼式分光鏡筒により構成され、センサ1台につき4つの分光画像を取得可能な設計とした。多眼式分光鏡筒のバンドパスフィルタには、入射する光線に対してフィルタ面の角度を変化させることにより透過する中心波長が変化するチューナブルバンドパスフィルタを用いた (図2, 図3)。本鏡筒では、チューナブルバンドパスフィルタを固定するホルダの角度を0°~45°で可変に設定可能であり、計測対象に合わせて選択波長を設定可能とした。チューナブルバンドパスフィルタの中心波長を561nm, 617nm, 697nm, 796nm, 900nmと設定しており、調整可能な波長は初期の透過中心波長から短波長側に50~80nmで

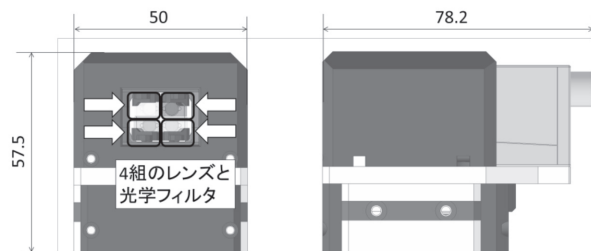


図2 光学系の配置と寸法

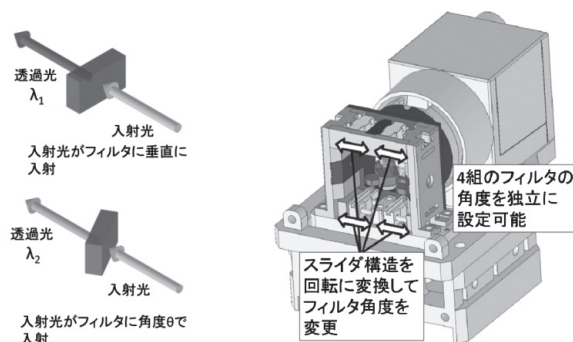


図3 チューナブルバンドパスフィルタの概要 (左) と光学フィルタ角度調整

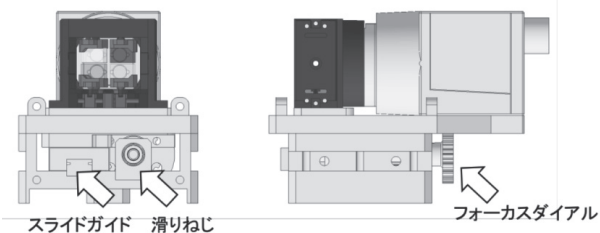


図4 フォーカス調整機構

ある (調整可能な波長幅はフィルタの種類により異なる)。そのため、900nmより長波長側はチューナブルバンドパスフィルタの波長範囲から外れるため、920nm, 940nm, 975nmの透過波長固定のバンドパスフィルタを選択可能とした。また、焦点調節機構としてすべりネジと直動スライダを用いた機構を用いることにより、精密な合焦機能を実現した (図4)。本鏡筒により、計測対象のサンプルの分光特性に合わせて光学フィルタの透過波長を調整し、最適な分光画像を取得することが可能となった。

この多眼式分光イメージングセンサの通信インターフェイスはUSB3.0であり、計算機に接続し分光画像を取得する。計測対象によっては4波長以上の分光画像が必要となる場合もあるため、計算機の仕様に合わせて複数台の多眼式分光イメージングセンサを接続可能とする拡張性を確保している。複数台の多眼式分光イメージングセンサの配置については、計測対象や計測条件に合わせて縦方向や横方向に複数台並べることが可能である。異なる透過波長の組み合わせによる波長範囲の拡大や、同じ透過波長の組み合わせによる計測範囲

の拡大が可能である。具体的な配置の例として図5のような縦型配置が可能である。

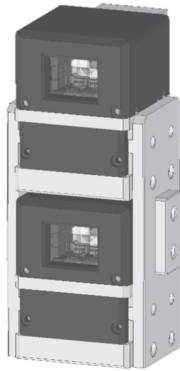


図5 多眼式分光イメージングセンサの配置例
(縦に配置した例)

3. 異物検出のための機械学習アルゴリズムの開発

本開発で対象とする食品に混入する異物は人毛、プラスチック片、虫や衣服の繊維など多種多様である。機械学習には、事前に正解ラベル付きの訓練データ（ここでは分光画像から求められるスペクトルデータ）を用意、学習させることにより判別モデルを構築する教師あり学習と、正解ラベルを付与していないスペクトルデータから類似するデータをグルーピングする教師なし学習に分類される。本研究では、どのような異物が混入するのが不明であるため、教師なし学習の手法である主成分分析（Principal Component Analysis, 以下、PCA)¹⁾と1-class SVM（サポートベクターマシン)²⁾、cosine類似度³⁾を用いた。さらにこれらの機械学習を基本とし、スペクトルデータの空間的な分布情報を利用した異物検出アルゴリズムを開発した。

3.1 異物検出のための分光画像前処理

計測対象を挽肉とし、ベルトコンベア上を搬送される場合を想定して、多眼式分光イメージングセンサで撮像した分光画像例を図6に示す。多眼式分光イメージングセンサはレンズの光軸が上下左右にずれているため、それぞれの画像には視差が生じている。計測対象を撮像した4つの分光画像から計測対象の特定の位置のスペクトルデータを取得するためには、これらの視差により生じる分光画像間のずれを補正する画素位置合わせが必要である。そこで背景差分により各分光画像の挽肉部分を抽出し、二値化、モルフォロジー変換を行った後、4つの分光画像の中のある1つの分光画像（図6右の図の4つの画像の中では、例えば左上の画像）を基準としてテンプレートマッチングを行い、他の3つの分光画像の位置ずれ量を求めた。これにより分光画像上での計測対象領域の位置合わせを行い、画素単位でのスペクトルデータの取得を行った。

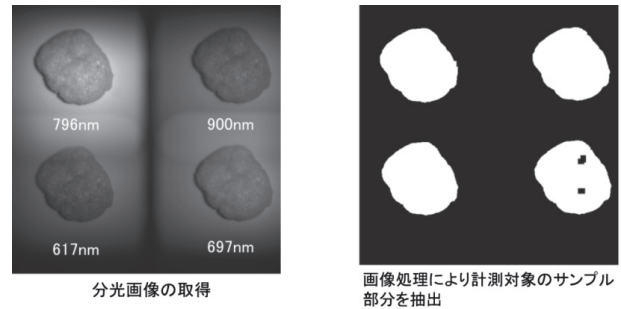


図6 各分光画像の位置合わせ

3.2 主成分分析（PCA）による計測対象の特徴抽出

PCAでは複数の説明変数（ここではスペクトルデータ）から変数間の相関を排除し、可能な限り情報損失を少なく新たな合成変数（主成分）を生成することにより次元圧縮を行う。これにより、少ない主成分でそのデータを記述することが可能となる。この主成分を求める過程において類似するスペクトルデータから求められるスコア（主成分によって作られる軸に対する距離）はある特定の領域付近にマッピングされる。この性質により、正常な食品の主成分スコアはある領域に固まり、正常な食品ではない異物はその正常食品の領域から離れた領域にマッピングされる。異物としてニトリルゴム片を付着させたサンプルのPCAスコアプロットを図7に示す。この図から異なる形状のスペクトルデータは明らかに

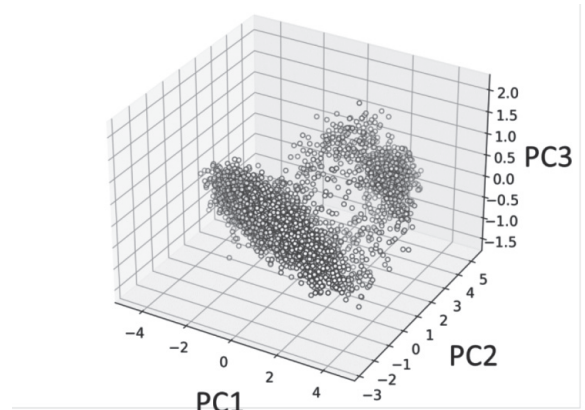


図7 PCAにより得られるスコアプロットの例
(ニトリルゴム片を対象とした結果)
(PCは主成分を表す。例：PC1=第1主成分)

異なるグループとなることがわかる。このように適切な主成分を選択することにより、スペクトルデータとPCAを用いて食品と異物を分類することができる。ただし、異物の種類も様々であり、正常な食品のクラスタからの距離には規則性はないため、正常な食品と異物を分ける識別境界面を解析対象とするデータごとに求める必要がある。本研究ではこの識別境界面を求めるために1-class SVMを用いた。

3.3 1-class SVMによる異常検知

1-class SVMはあるグループ（1クラス）とそのグループに属さないものを判別するSVM（サポートベクターマシン）である。サポートベクターマシンは基本的にデータを2クラスに分類する機械学習アルゴリズムであり、訓練データを用いてクラス分類を行う教師あり学習の手法である。1-class SVMではこのカーネルとしてRBF(Radial Basis Function：動径基底関数)²⁾を用いることにより学習なしでクラス分類を行う（式1）。1-class SVMでは2種類のハイパーパラメータを設定する。一つはRBFカーネルのパラメータ γ であり、これは識別境界の複雑さを設定するものである。もう一つがデータ全体に対する異常値の割合 ν である。 ν を0～1の範囲で設定し、全データの中で最も異常と分類されるデータから順番にこの閾値の割合まで抽出する。データ全体に対する異常値の割合が非常に小さい場合は ν は小さい値でも問題はないが、設定した ν よりも異常値の割合が大きい場合は取りこぼすことになる。そのため、まずはじめは ν を大きい値（0.4程度）に設定し、本来正常に分類されるデータについても多めに異常として判別することで異常値の検出もれを防ぐこととした。

$$K(x_i, x_j) = e^{(-\gamma \|x_i - x_j\|^2)}, \quad \gamma > 0 \quad \dots(1)$$

x_i, x_j はベクトル

3.4 cosine類似度による正常/異常の最終的な判別

1-class SVMで異常値を多めに抽出しているため、正常値に分類したデータには異常値は少ないと考えることができる。また、検査対象の食品の大部分は異物が混入していない正常な製品であることから、1-class SVMにより異物と判別したものの大部分は異物ではないことになる。このため、異常に分類したデータが真に異常かどうかを再度評価する必要がある。そこでPCA+1-class SVMにより異物を判別した後に、異物のスペクトルデータと正常に分類したスペクトルデータをcosine類似度（式2）により比較し、異物候補に分類された正常データを正常データとすることで、真に異常なデータを抽出している。

$$sim(x_i, x_j) = \frac{x_i \cdot x_j}{\|x_i\| \|x_j\|} \quad \dots(2)$$

x_i, x_j はベクトル

3.5 異常検出アルゴリズムの適用について

上記の異物検出アルゴリズムを食品に対して適用する場合、食品のスペクトルデータ自体のばらつきが多いとその影響によりPCAでの正常な食品のグループのばらつきが大きくなり、異物との区別が難しくなる。そこでそのばらつきが小さ

くなるようにデータ全体から局所データを抜き出して異物検出アルゴリズムを適用する。具体的には、検出対象の食品の領域を図8のようにグリッドを設定し、この中の局所的なデータに対して処理を行う。局所的なグリッドでは、スペクトル

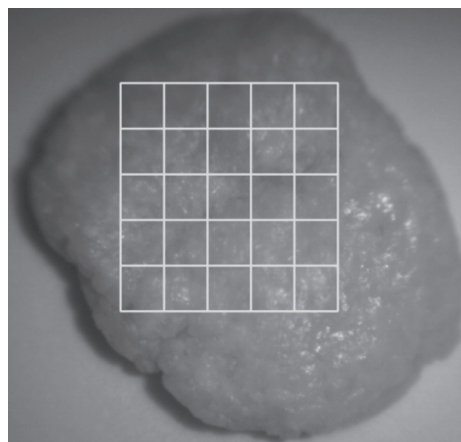


図8 異物検出アルゴリズムを適用する分割領域の例（5×5に分割）

データのばらつきは全体でのばらつきよりも小さくなることが期待できるため、異物が含まれる場合、局所的なグリッドでは異物の割合も大きくできること、さらに複数のグリッド同士で正常食品・異物のデータ分布を比較することが可能となり、異物検出を高精度化することが可能となる。ここでは図9に示すように、異物として人毛、ニトリルゴム片、紙（ひき肉の画像を印刷したもの）を用いて実験を行った。紙の異物については目視では区別することが難しい、異なる材質という意図で取り上げた。

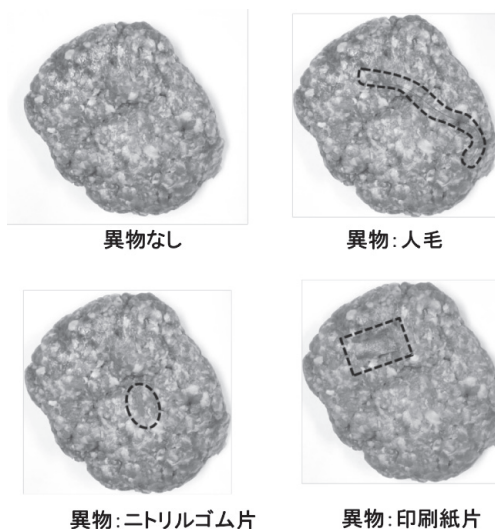


図9 挽肉サンプルと混入異物の例

図10に多眼式分光イメージングセンサ（617nm, 697nm, 796nm, 900nmのフィルタ設定）で取得した分光画像を示す。これらの分光画像に対して位置合わせを行い画素ごとのスペクトルデータを求める。このスペクトルデータに対して

PCAを適用することにより図11のスコアプロット（第1主成分～第3主成分の三次元プロット、及び第1主成分、第2主成分の二次元プロット）を得る。このデータに対して1-class SVMを適用した結果、異物候補となる点が図11左下のスコアプロットにおいて黒丸で示した点である。続いて、異物候補に分類したデータから、正常な食品のスペクトルデータに近いものを cosine 類似度を用いて正常な食品に分類し

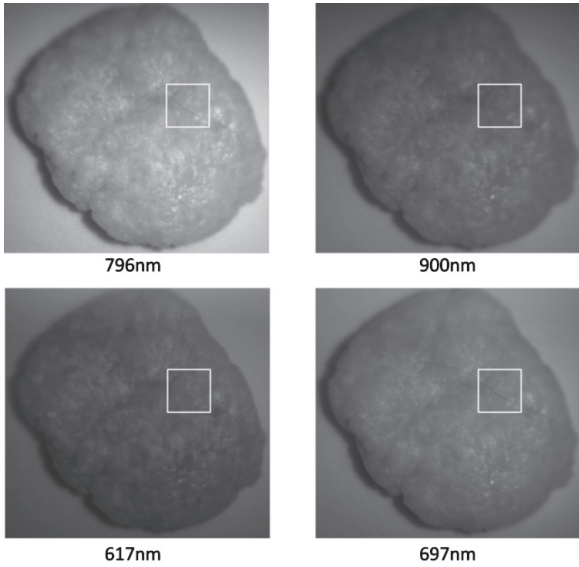


図 10 各分光画像と処理する矩形領域 (人毛の場合)

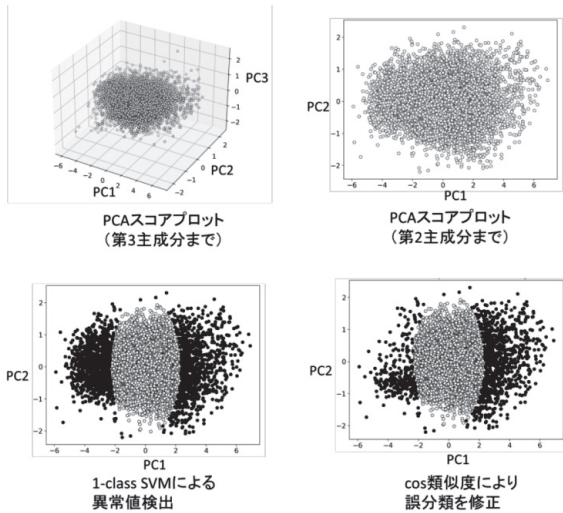


図 11 PCA+1-class SVM+cosine 類似度による異物検出処理 (人毛の場合)

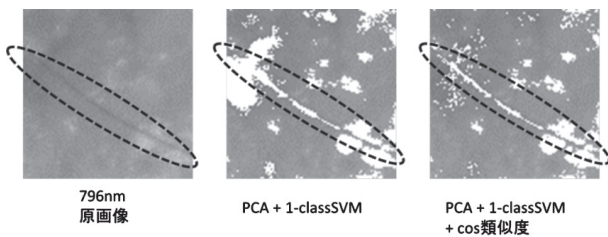


図 12 異物検出処理結果 (人毛の場合)

直した結果が図11右下の図である。この図から、異物候補の黒丸の点が減少していることがわかる。この異物と判別した領域を元の画像上において白領域として示した (図12)。この図において人毛は破線で囲んだ領域に存在しており、白領域に連続した人毛の線領域が含まれていることから、本アルゴリズムにより人毛を異物として検出できることを確認した。しかし、図12の結果では同時に照明の正反射成分も異物として検出された。すなわち、正反射成分は挽肉の拡散反射成分とはスペクトルデータの性質が異なるため異物と判別される結果となった。

照明の正反射成分は本来検出すべき異物ではないため、これを異常に分類しないことが必要である。そこで複数のグリッドにおいて抽出した異物候補のスペクトルデータに対して、改めて PCA+1-class SVM+cosine 類似度の異物検出アル

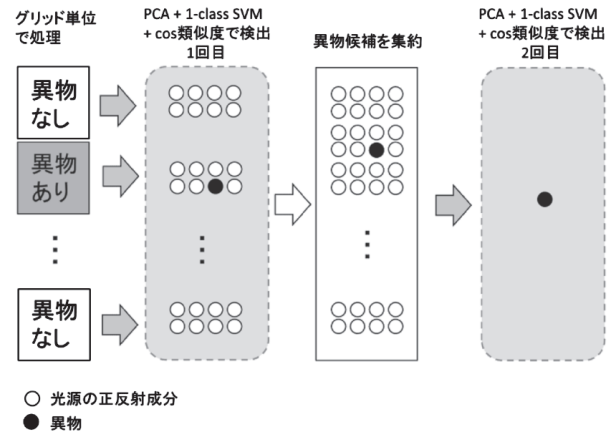


図 13 複数グリッドを統合して適用する異物検出アルゴリズム

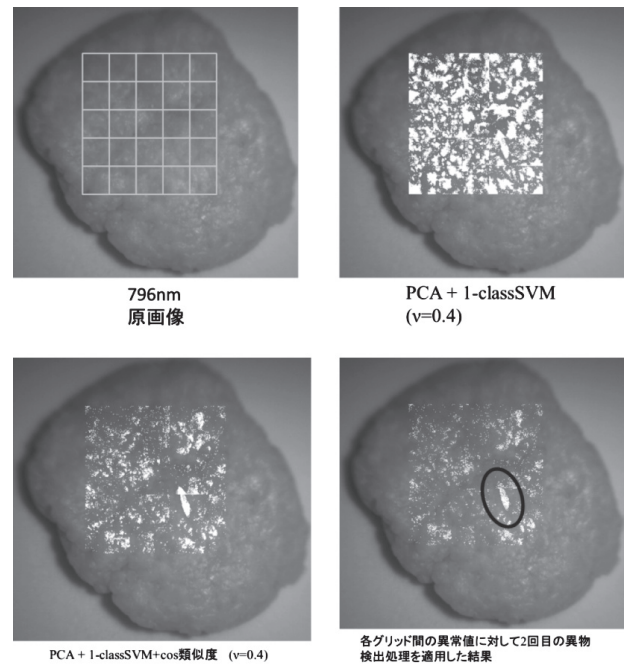


図 14 5×5の分割領域での異物検出例 (ニトリルゴム片の場合)

ゴリズムを適用する。これにより正反射成分とは異なる異物のスペクトルデータがあればそれが異物として検出される、という考え方である（図13）。以上のアルゴリズムをニトリルゴム破片を異物とした挽肉に適用した結果を図14に示す。この結果ではニトリルゴム破片は異物として抽出されているが、正反射成分も一部異物となっており、完全に取り除けていない。これは正反射成分がすべてが照明光のみのスペクトルデータであるというわけではなく、グリッドごとに一部は挽肉の拡散反射成分のスペクトルデータと照明光の正反射成分の両方が重ね合わされたスペクトルデータとなっており、それぞれの割合にばらつきがある状態になっていることが原因であると考えられる。

3.6 照明の正反射成分を除去する方法

照明の正反射成分を「正常」として判別するアルゴリズムを用いても完全に「正常」と判別することが困難であることがわかった。照明の正反射成分を異物ではないと判別することは異物検出精度を向上させるためには必要であり、その対策の一つとして照明光学系の改良があげられる。計測サンプル表面の反射スペクトルを取得する配置の場合は、多眼式分光イメージングセンサと同じ側に積分球などを用いた拡散照明を配置する。これにより照明の正反射成分は少なくすることが可能であるが、完全には取り除くことは困難である。一方、計測サンプルの裏側に照明を配置し計測サンプルの透過拡散光を計測する場合は反射光成分はないため正反射成分の影響を除去することが期待できる。

4. 海産物珍味用異物検査装置の開発

多眼式分光イメージングセンサに限らず、光学計測による異物検出システムでは計測対象の食品表面での照明光の正反射成分が異物検出性能に影響することがわかった。そこで、サンプル内部を透過拡散した光を計測する照明配置であれば

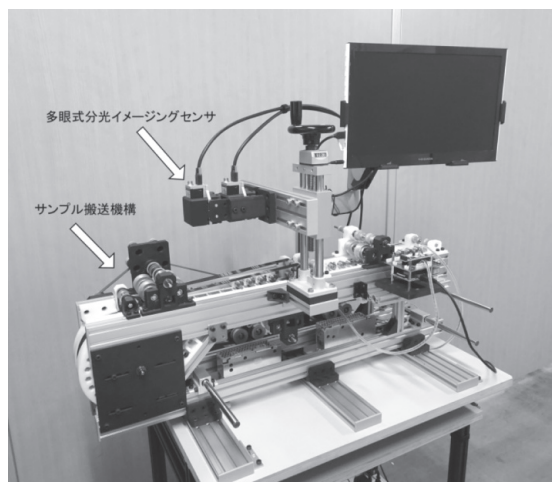


図 15 海産物珍味用異物検査試作機

照明の正反射成分が生じないことから今回はこの光学配置を基本とした異物検査装置を試作した。検査対象の食品は、これまで具体的にニーズを寄せられている、ホタテ貝柱やイカ、ツブなどの海産物珍味とした（図15）。今回対象とする海産物珍味では、異物混入事例として人毛や衣服の繊維などがあるが、製造工程で生じる原料由来成分の焦げやレトルト包装のシール不良なども不良品となる。今回はこれらを検出対象として開発を行った。

4.1 異物検査装置の搬送機構の設計

試験対象とした海産物珍味の真空包装フィルムはレトルト加工をしているため、熱によりフィルムに反りが発生する。通常のベルトコンベアで搬送する場合、フィルムの反りによって各計測サンプルの姿勢が不安定となる。そのため、安定して精度の良い計測を行うにはフィルムの端部を押さえ、反りの状態を取り除く必要がある。また、食品の1面だけの検査では見逃しが発生するため不十分である。食品の検査は全ての面に対して行えることが望ましい。以上より、レトルト包装された海産物珍味の異物検査装置の仕様として次のような機能を備える必要がある。

- フィルムの反りを抑制する
- 照明の正反射成分を抑制する
- サンプルの一面だけではなく裏面を検査する

これらの機能を備えた搬送機構を設計した。

4.2 照明の配置

照明の正反射成分を抑制するには、前章で述べたように、正反射光成分を低減する光学系とする必要がある。今回の計測サンプルはホタテ貝柱などを原料としており、厚さが15～20mm程度で比較的光を透過しやすいことから、試作機の照明を透過光方式とすることで正反射光成分を抑制した。その概要を図16、図17に示す。真空包装フィルムの反りの抑制は図18のようにタイミングベルトと搬送用のプレートで両端部を挟み込むことで実現した。両端を抑えることで検査対象の食品部分の下部には搬送用のベルトが存在しないため、ハロゲン照明を搬送機構下部に配置して透過光照明光学系を構築した（図19）。

搬送用ベルトで食品部が遮蔽されないでサンプルの上面と下面（図20）の検査については、タイミングベルトの搬送

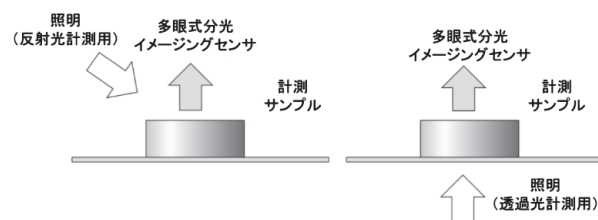
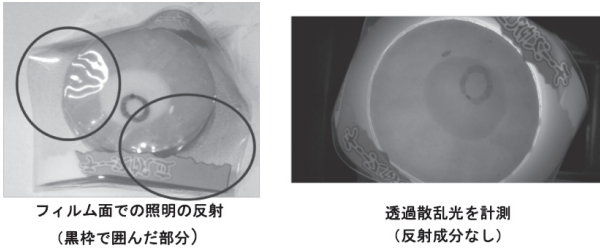


図 16 照明の配置
(左：反射光方式 右：透過光方式)



フィルム面での照明の反射
(黒枠で囲んだ部分)

透過散乱光を計測
(反射成分なし)

図 17 サンプルの計測例
(左：正反射成分あり，右：正反射成分なし)

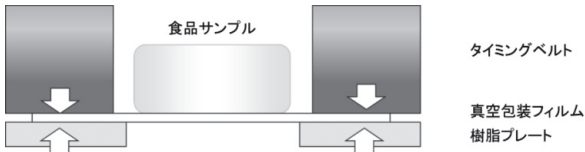


図 18 真空包装フィルムの反りを抑え搬送する構造

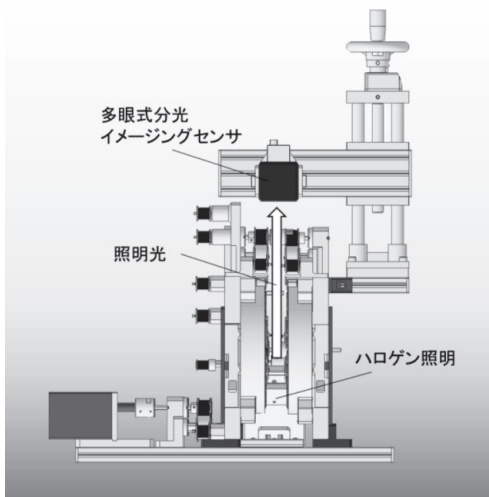


図 19 光学系の配置

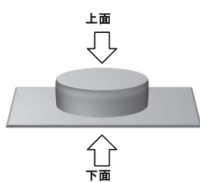


図 20 計測する食品サンプルの形状

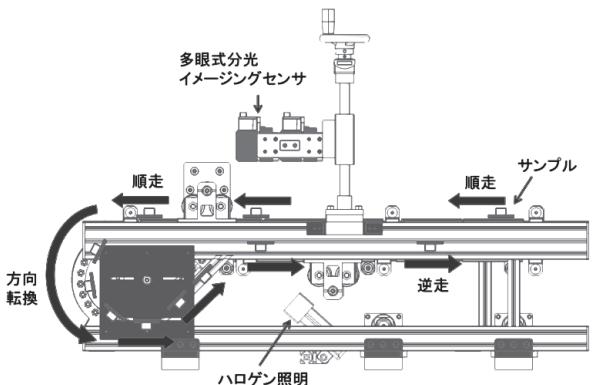


図 21 サンプル搬送機構

方向を途中で折り返すことで上面と下面の入れ替えを実現した(図21)。

5. おわりに

複数の光学フィルタの多眼式分光イメージングセンサを開発した。産業用のCMOSカメラを使用し、1台につき、4つの分光画像を取得可能な構造とした。取得した複数波長の分光画像に対し、PCA、1-class SVM及びcosine類似度の機械学習手法をベースとした異物検出アルゴリズムを開発し、これを検査対象領域で分割した小領域毎に複数回適用することで判別精度を改良し、性能向上を図った。さらに真空包装フィルムで包装された海産物珍味を対象とした異物検査装置を試作した。レトルト加工の熱により反りが生じた包装フィルムをタイミングベルトと搬送用プレートにより挟み込み反りを抑えながら搬送し、搬送機構端部で折り返す構造とすることで食品の上面と下面を連続して検査することを可能とした。今後、真空包装された海産物珍味を対象として実用化に向けてさらに開発を進めるとともに、他の食品への展開を視野に入れながら改良を進めていく。

引用文献

- 1) Wold, Svante, Kim Esbensen, et.al ; “Principal component analysis.” Chemometrics and intelligent laboratory systems 2.1-3 (1987) : 37-52.
- 2) B. Schölkopf, A. Smola, et.al ; New support vector algorithms. Neural Computation, 12,(2000), 1207-1245.
- 3) C. Plattel, “Distributed and Incremental Clustering using Shared Nearest Neighbours,” Utrecht University, (2014)

作物育種向けドローン空撮画像解析ツールの開発

飯島 俊匡, 浦池 隆文, 林 峻輔, 伊藤 壮生,
岡崎 伸哉, 本間 稔規, 今岡 広一,
中川 浩輔*, 小林 聡*, 五十嵐秀成*, 大西 志全**,
木内 均**, 品田 博史**, 熊谷 聡***, 山下 陽子****

Development of a Drone Aerial Image Analysis Tool for Plant Breeding.

Toshimasa IJIMA, Takafumi URAIKE, Shunsuke HAYASHI, Soki ITO,
Shinya OKAZAKI, Toshinori HONMA, Koichi IMAOKA,
Kosuke NAKAGAWA*, Satoshi KOBAYASHI*, Hidenari IGARASHI*, Shizen OHNISHI**,
Hitoshi KIUCHI**, Hiroshi SHINADA**, Satoshi KUMAGAI***, Yoko YAMASHITA****

抄 録

農作物の品種改良（育種）において、収量性は重要な選抜評価項目の一つであり、その収量性と光合成能力は密接に関係している。光合成能力が高いと葉は活発に蒸散し、気化熱により葉面温度が下がる。つまり、葉面温度が低い育種材料の方が光合成能力が高く、収量性に優れると考えられる。これまで葉面温度の計測は、人が放射温度計を用いて数百点の育種材料を一つずつ定期的に計測しており、多くの時間と手間を要していた。加えて、葉面温度は刻々と変化するため、計測に時間を要すると温度比較が困難になる。そこで、ドローンとサーモグラフィを用いた葉面温度の効率的な計測手法を開発した結果、調査時間を約1/10に短縮可能となった。また、生育解析のための空撮画像解析ツールを開発し、豆類、小麦、水稲及び馬鈴しょで検証した結果、豆類などで葉面温度と収量性の相関が一定程度確認され、育種作業の効率化が見込めた。

キーワード：画像解析，作物育種，葉面温度，UAV

Abstract

In plant breeding, yield is one of the most important selection evaluation parameters, and its yield is closely related to photosynthetic capacity. When photosynthetic capacity is high, leaf transpiration is enhanced, and canopy temperature decreases due to heat of vaporization. In other words, breeding materials with lower canopy temperature is considered to have higher photosynthetic capacity and higher yield potential. Until now, the measurement of canopy temperature has required a lot of time and labor, using a radiation thermometer to measure hundreds of breeding materials by hand. In addition, since the canopy temperature changes from moment to moment, temperature comparisons become difficult if measurements are time-consuming. Therefore, we developed an efficient method of measuring canopy temperature using a drone and an infrared camera, which enabled us to reduce the survey time to about 1/10. And we developed an aerial image analysis tool for growth analysis and confirmed its effectiveness in beans, wheat, rice, and potatoes. In beans and others, a certain degree of correlation between canopy temperature and yield was confirmed, and we expect to improve the efficiency of breeding operations.

KEY-WORDS : Image Analysis, Plant Breeding, Canopy Temperature, UAV

* 十勝農業試験場 Tokachi Agricultural Experiment Station **北見農業試験場 Kitami Agricultural Experiment Station

*** 上川農業試験場 Kamikawa Agricultural Experiment Station ****中央農業試験場 Central Agricultural Experiment Station

事業名：経常研究

課題名：UAV活用型作物育種に向けた効率的な撮影画像解析ツールの開発（令和元～3年度）

1. はじめに

農作物の品種改良（育種）は、農業の生産性や高付加価値化に重要な役割を果たしてきたが、農政上の重要課題である食糧自給率の向上や生産コスト低減などによる農業の体質強化を実現するためには、さらに多収で栽培特性に優れた新品種を育成し、その普及を図っていくことが必要である。しかし、新たな実用品種の育成までには長期間を要し、膨大な育種材料を試験栽培して有望な個体を選抜していく必要がある（図1左）。

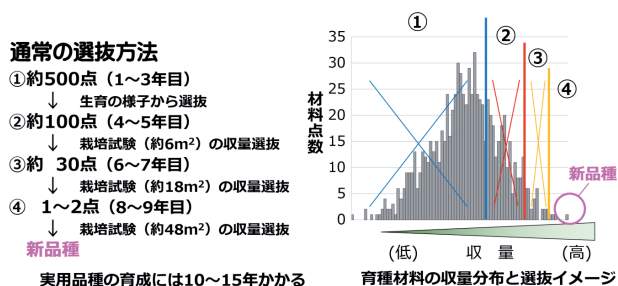


図1 作物育種の流れ

育種における選抜評価では、品質や食味、病害虫への耐性など様々な特性を評価項目としており、収量性もその重要な選抜評価項目となっている（図1）。育種では多数の育種材料を広範囲に試験栽培している（図2）ため、収穫及び選抜評価は手作業で行う必要があり、多くの時間と人手を要している。したがって、収穫を行う前に収量性について選抜評価が行えれば、育種の効率化が可能となる。

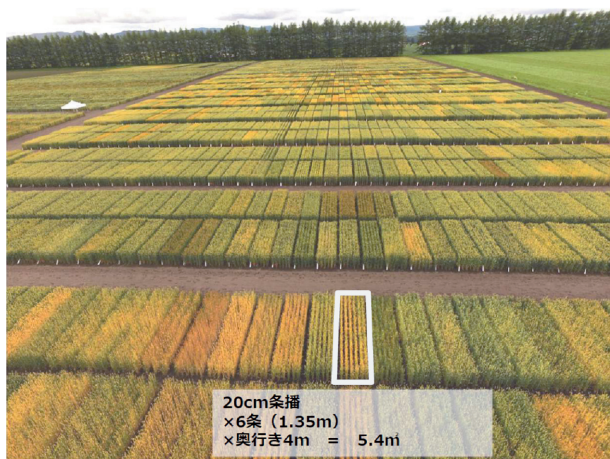


図2 小麦の育種圃場

光合成は植物の生長と食糧生産にとって基本となる重要な機能であり、作物の収量性にも反映される。しかし、光合成能力の測定には時間がかかるため、多数の育種材料を計測する必要がある育種には適さない。そこで、光合成能力の間接的な指標として、気孔からの蒸散による気化熱に着目した。作物の光合成能力が高ければ活発な蒸散が行われ、作物の表

面温度（葉面温度）が低下するため、葉面温度が低い育種材料が高い光合成能力を有し、収量性も高い可能性が考えられる。これまでに様々な作物において、葉面温度に顕著な品種間差があり、多収品種の葉面温度が低い事例が報告されている（図3）¹⁻³⁾。

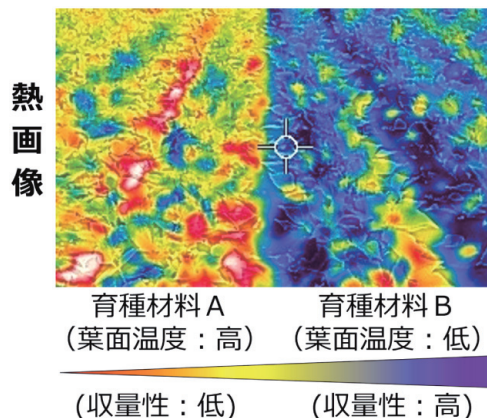


図3 葉面温度と収量性（十勝農試 2015年）

葉面温度の計測は、簡易かつ非破壊的手法であるため、葉面温度から間接的に光合成能力が評価できれば、育種における多収選抜手法として非常に有効である。このため、小麦の一部の育種事業では、放射温度計で測定した葉面温度を収量性の間接指標として利用することが検討されている。しかし、これまで葉面温度の計測は、人が放射温度計を用いて数百点の育種材料を一つずつ定期的に計測しており、多くの時間と手間を要していた。加えて、葉面温度は微気象変動（干ばつや雲の断片的通過など）の影響が大きく刻々と変化するため、広域な育種圃場の計測に時間を要すると育種材料間の正確な温度比較が困難になる。そこで、ドローンとサーモグラフィーを用いた葉面温度の効率的な計測手法と、生育解析のための空撮画像解析ツールを開発することで、作物育種の効率化・迅速化に取り組んだので報告する。

2. 葉面温度の効率的な計測手法の開発

本研究では、道総研で育種を進めている作物のうち、豆類、小麦、馬鈴しょ、水稻を対象として検証を行った。また、機材は地上における葉面温度測定には携帯型の放射温度計（図4）A & D社製AD-5634などを用いた。熱画像の空撮は、DJI社製のドローンMatrice200又はMatrice210とサーモグラフィーZenmuse XT2の組合せ、及びDJI社製のドローンMatrice300 RTKとサーモグラフィーZenmuse H20Tの組合せを用いた（図5）。それぞれの仕様を表1、表2に示す。



図4 放射温度計 図5 ドローンとサーモグラフィー
(上: Matrice210, 下: Matrice300 RTK)

表1 ドローンとサーモグラフィーの仕様1

ドローン: DJI Matrice200/210	
大きさ	887 × 880 × 378[mm]
最大ペイロード	標準バッテリー: 約 2.3[kg] 大バッテリー: 約 1.6[kg]
最大飛行時間 (最大ペイロード時)	標準バッテリー: 13[分] 大バッテリー: 24[分]
サーモグラフィー: DJI Zenmuse XT2	
熱画像解像度	640 × 512[pixel]
熱画像画素ピッチ	17[μm]
熱画像範囲 (高利得)	-25 ~ 135[°C]
最大フレームレート	30[Hz]
熱画像レンズ画角 (焦点距離 19mm)	水平 32[°] 垂直 26[°]

表2 ドローンとサーモグラフィーの仕様2

ドローン: DJI Matrice300 RTK	
大きさ	810 × 670 × 430[mm]
最大ペイロード	標準バッテリー: 約 2.7[kg]
最大飛行時間 (H20T 搭載時)	標準バッテリー: 36[分]
サーモグラフィー: DJI Zenmuse H20T	
熱画像解像度	640 × 512[pixel]
熱画像画素ピッチ	12[μm]
熱画像範囲 (高利得)	-40 ~ 150[°C]
最大フレームレート	30[Hz]
熱画像レンズ画角 (焦点距離 13.5mm)	対角 40.6[°]

2.1 熱画像の撮影条件

ドローンとサーモグラフィーを用いて生育解析に利用可能な熱画像を撮影するためには、対象とする作物により株の大きさや葉の形態、栽培環境などが異なる(図6)ことから、各作物に応じた撮影方法を検討する必要がある。

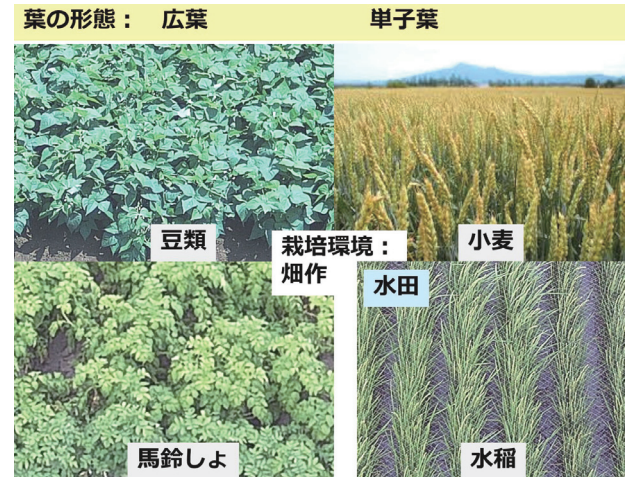


図6 作物ごとの違い

畑作の作物では、図7のように鉛直下向きに圃場を撮影して得られる熱画像から葉面温度を抽出することが可能である。図7に示す熱画像は、低温部から高温部が青～黄～赤で表現される擬似カラー表示となっており、作物の部分が紫色(白黒印刷では濃い灰色)、土壌部分が黄～赤(白黒印刷では薄い灰色)となっていることがわかる。

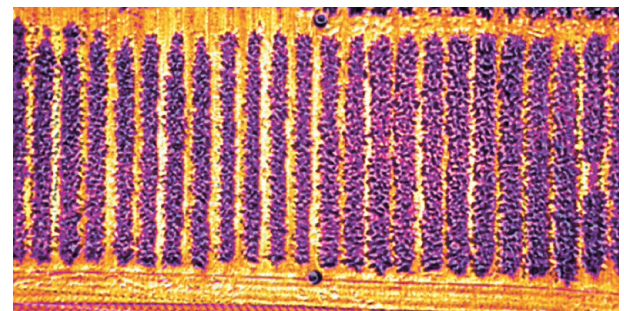


図7 豆類の熱画像(擬似カラー)

水稲の場合、葉の形態が単子葉で細長く、加えて水田に水を入れた時期の熱画像を得る必要があることから、水面による反射の影響を受けずに作物の温度だけを得られるよう、撮影方法を工夫した。具体的には、図8のように条と平行な向きで俯角を取って圃場を撮影することで、稲が重なった状態の熱画像が得られ、水面の影響を受けずに水稲のみの葉面温度の抽出が可能であることがわかった。このとき、水稲において品種間の葉面温度差を比較したところ、古い従来品種と収量性に優れる品種「ななつばし」間の葉面温度差を確認できた。品種間の温度差が小さいため図8に示す擬似カラー表

示では色の違いはわずかであるが、葉面温度が低い水稻は濃い紫色（白黒印刷では濃い灰色）、高い水稻は薄い紫色（白黒印刷ではやや濃い灰色）となっている。

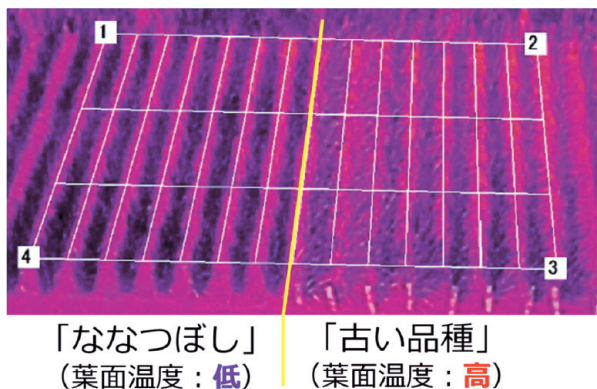


図8 水稻の熱画像と品種間の葉面温度差

さらに、様々な飛行高度で品種間の葉面温度の差を評価したところ、撮影高度が低いほど品種間の葉面温度の差が明確になることがわかった。一方、熱画像一枚にはなるべく多くの育種材料が写っている方が葉面温度の計測及び品種間差の比較のために望ましく、サーモグラフィーの撮影画角が固定であることから、高度が高ければ高いほど広範囲が撮影可能となる。また、熱画像の画素分解能も固定であることから、作物の大きさもしくは育種材料毎の試験区画の大きさに応じて、熱画像の地上分解能を確保するため飛行高度は制限される。具体的には、飛行高度25mでは熱画像の地上分解能は約22mm、飛行高度50mのそれは約44mmとなる。

これらの諸条件を考慮し、葉面温度の取得時期について、獲得した熱画像をもとに検討を行い、各作物における熱画像撮影条件を決定した（表3）。撮影時期に関しては、豆類では地表面が覆われる7月中旬から倒伏や葉の黄化が生じる8月中旬まで、小麦ではこれまでの知見から、出穂期である5月中旬から登熟期を迎える6月下旬まで、馬鈴しょでは株が一定程度生育し、土壌露出が低下する6月下旬から倒伏が生じる7月下旬までの条件が適していた。

表3 各作物における熱画像撮影条件

作物	撮影方法	飛行高度	撮影時期
豆類	鉛直	25-50m	7月中旬 ～8月中旬
小麦	鉛直	35-70m	5月中旬 ～6月下旬
馬鈴しょ	鉛直	30-50m	6月下旬 ～7月下旬
水稻	俯瞰	20-35m	7月中旬 ～8月上旬

水稻では、止葉期～穂ばらみ期である7月中旬から出穂揃期を迎える8月上旬までの条件が適していた。加えて、7月上旬から下旬において、「えみまる」×「そらゆき」及び「空育191号」×「上育473号」の交配後代を対象に、各生育時期における葉面温度データを検証した結果、穂ばらみ期にあたる7月中旬の葉面温度が重要であることが示された（表4）。この結果は、放射温度計で測定した新旧品種群と「ななつぼし」間の葉面温度差と収量との解析において、出穂前の止葉～穂ばらみ期において有意な負の相関が認められた過去の報告⁴⁾と同様であった。

表4 水稻における葉面温度差と収量の相関係数（上川農試 2021年）

撮影日	7/9	7/12	7/15	7/21 (出穂期)
相関係数	-0.416 **	-0.416 **	-0.578 **	-0.392 **

注)「えみまる」×「そらゆき」および「空育191号」×「上育473号」の交配後代 (n=100)、葉面温度の基準品種は「ななつぼし」、**はp<0.01を示す。

3. 生育解析のための空撮画像解析ツールの開発

3.1 育種圃場向け対空マーカーの試作

前節で定めた撮影条件で撮影した一枚の熱画像は、図7や図8に示すように育種圃場の一部となるが、圃場のどこを撮影したのかを画像から判別することは困難である。ドローンやサーモグラフィーにはGPSも搭載されているが、今回使用した機材のGPS精度では、試験区画の位置を正確に推定することは不可能である。そこで、熱画像に写っている試験区画がどの育種材料であるか画像から判別するため、空撮画像から認識可能な対空マーカーを作成した。

育種圃場では、試験区画とそこで生育する育種材料は既知であることから、試験区画番号が推定できれば良い。また、試験区画は等間隔に整列していることから、一枚の熱画像に対して少なくとも一つの対空マーカーがあれば、試験区画番号との対応付けが可能となる。一方、ドローンは風などの影響を受け、機体の角度や高度が安定しないこともあり、撮影画像の角度や大きさに変動が生じる。加えて、試験圃場を撮影する向きが常にと同じとは限らないため、用いる対空マーカーは見る角度に依存せず一意にその番号を識別可能であることが重要である。そこで、同心円状のバイナリコードを用いた対空マーカーとした。今回用いたバイナリコードは1を黒、0を白で表現した12bitのコードで、白黒の各bitを同心円状に並べた時、位相を変えても同じ並び順が生じないよう生成した。

また、今回使用したサーモグラフィーは、得られる熱画像の一回り大きな撮影範囲で可視画像を同時に得られたため、対空マーカーは可視画像から判別することとした。飛行高度25mで得られる可視画像の地上分解能は、Zemuse XT2で

約6mm, Zenmuse H20Tで約12mmであるため、圃場への設置性等も考慮し、対空マーカの大きさは45×45cmとした(図9)。豆類の育種圃場において、試験区画20区ごとに対空マーカを設置し、高度25mで撮影した画像を図10に示す。



図9 対空マーカ (45×45cm)



図10 豆類の試験圃場の空撮画像

次節の開発した画像解析ツールでは、この対空マーカの可視画像を画像解析することで、マーカの位置とバイナリコードによる識別番号を自動的に検出して表示する機能を搭載した。

3.2 生育解析向け画像解析ツールの開発

育種に向けた生育解析を行うため、空撮で得られた熱画像から育種材料の葉面温度を試験区画ごとに抽出する画像解析ツールを開発した。本ツールはWindowsパソコン上で動くソフトウェアとし、ドローンとサーモグラフィーを用いて撮影した育種圃場の熱画像から、各試験区内の葉面に相当する部分について、平均温度及び最低、最高温度を抽出してcsvファイルに出力するものである(図11)。

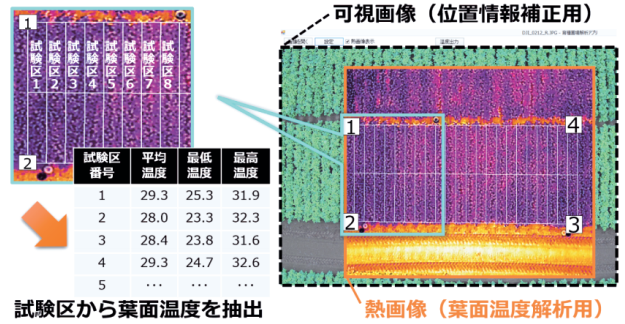


図11 各試験区の葉面温度の抽出

本ツールでは、試験区番号と抽出する各試験区への対応付けが容易となるよう、前節で述べた空撮可視画像から対空マーカの位置と識別番号の自動抽出が可能である。また、各作物はその葉の形態や生育状況などにより、試験区内に占める葉の領域が異なるため、試験区内の計測幅や長さを調整可能とし(図12)、複数の熱画像を連続して処理するため設定データの維持や保存が可能とした(図13)。

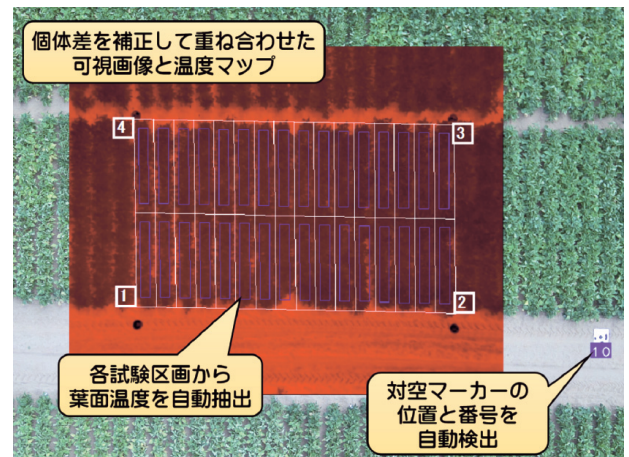


図12 開発した画像解析ツール



図13 画像解析ツールの設定画面

さらに、今回使用したサーモグラフィーでは、レンズの歪みや熱画像の出力値について、個体ごとに差が生じたため、それぞれの補正機能もツールに搭載した(図14)。

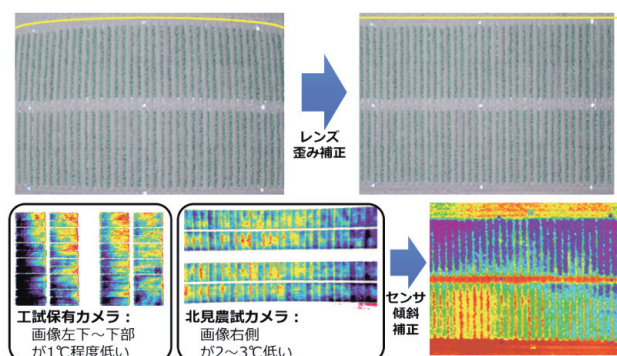


図 14 レンズ及びセンサの補正処理

4. 開発した計測手法の評価

葉面温度を用いて収量性を評価するため、開発したドローンを用いた葉面温度計測法と従来法(放射温度計による地上測定)について、調査時間を比較した結果、豆類(いんげんまめ)では調査時間が約1/10に短縮された(図15)。

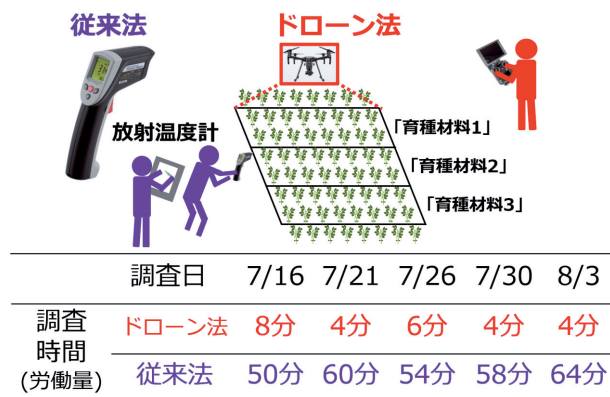


図 15 従来法とドローン法の調査時間 (十勝農試 2021 年)

また、両測定法で得られた葉面温度の相関について豆類(いんげんまめ)で評価した結果、図16に示すような相関が得られた。ドローン法に比べ従来法の方が高温で計測された点が見受けられるが、放射温度計による測定の際に、葉面ではなく地表部分の温度を計測していたと推察され、両測定法の相関関係は生育解析の実用上問題ないと考えられる。さらに、開発した計測手法で得られた葉面温度と収量性の相関関係については各作物で検証を進めている。小麦の品種育成材料を対象とした解析では、 -0.67 程度の相関が確認されており、葉面温度の下位30%を圃場で廃棄するような形で、育種

作業の効率化が想定されている⁵⁾。また、小麦以外の作物において、豆類(いんげんまめ)の品種育成材料を対象とした解析では、 -0.581 程度の相関が確認されており(図17)、水稲や馬鈴しょにおいても育種利用に向けた検討が進められている⁵⁾。

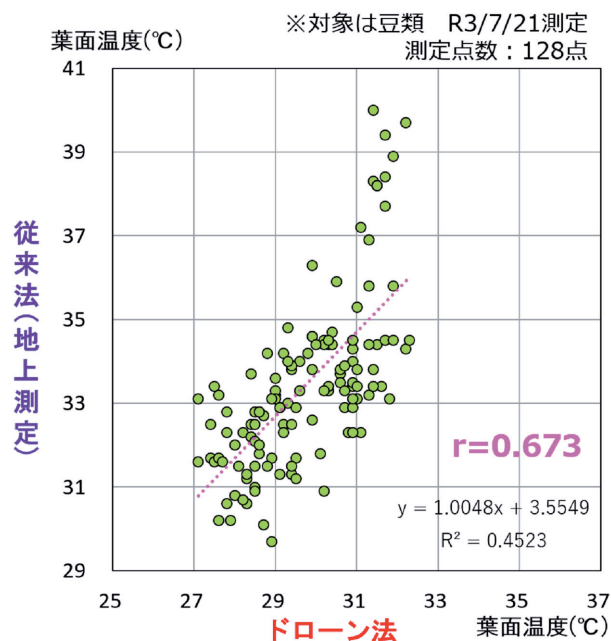


図 16 従来法とドローン法の葉面温度の相関 (十勝農試 2021 年)

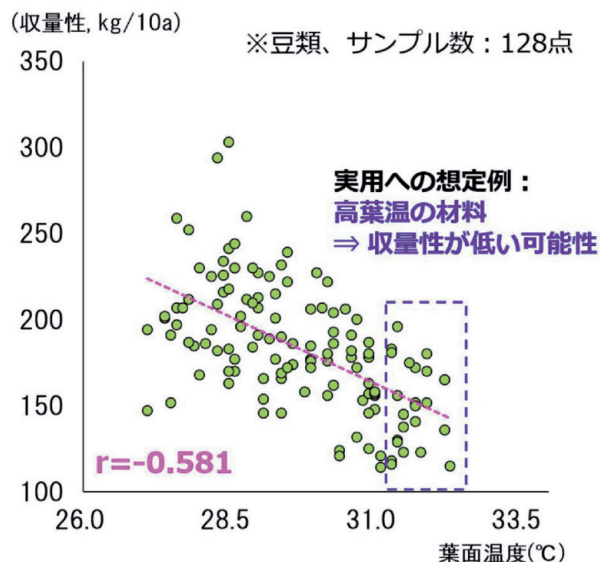


図 17 豆類における葉面温度と収量性の相関 (十勝農試 2021 年)

5. おわりに

ドローンとサーモグラフィーを用いた葉面温度の効率的な計測手法と、生育解析のための空撮画像解析ツールを開発し

た。開発した計測手法を評価した結果、放射温度計による従来法に比べ調査時間を約1/10に短縮するなど迅速化を実現した。また、解析ツールで得られた葉面温度データを生育解析における指標の一つとして活用することで、育種作業の効率化が見込まれる。

育種材料における葉面温度と収量性の相関については、作物によっては一定程度確認されたが、降水量が少ない干ばつ条件など、気象条件によっては相関が大きく低下することが確認された。したがって将来的には、植生指数（NDVI）等、新たな選抜指標を含めた評価方法の開発を図ることで、育種における選抜精度の更なる向上を検討する必要があると考えられる。

引用文献

- 1) Takeshi Horie, Shoji Matsuura, et al., "Genotypic difference in canopy diffusive conductance measured by a new remote-sensing method and its association with the difference in rice yield potential.", *Plant, Cell and Environment*, Vol.29, pp.653-660, 2006.
- 2) Toshiyuki Takai, Masahiro Yano, et al., "Canopy temperature on clear and cloudy days can be used to estimate varietal differences in stomatal conductance in rice", *Field Crops Research*, Vol. 115, pp. 165-170, 2010.
- 3) 中川浩輔, 鴻坂扶美子, 他, "子実用インゲンマメ多収品種「十育B81号」の気象条件に対する収量反応と葉温・気孔密度特性", 第243回日本作物学会講演会論文集, pp.151, 2017.
- 4) 西村努, 佐藤博一, 他, "葉面温度測定による北海道水稲の多収選抜の可能性について", 育種・作物学会北海道談話会会報 61, pp.64-65, 2020.
- 5) 大西志全, 木内均, 他, "UAVとサーモグラフィーで測定した葉面温度によるコムギの収量性選抜の可能性", 日本育種学会第141回講演会, 2022.

多様な食品に対応したハンドリング技術の開発

井川 久, 川島 圭太, 宮島 沙織, 中西 洋介

Development of Handling Technology for Various Kinds of Foods

Hisashi IGAWA, Keita KAWASHIMA, Saori MIYAJIMA, Yohsuke NAKANISHI

抄 録

食品製造業では、農産物や水産物など多種多様な原材料を扱うことが多いため、多くの人員により手作業で行われている工程が数多く存在する。昨今の人手不足を解消し、生産性を向上させるためには、ロボットの活用による自動化が必要である。ロボット導入に適した工程として、コンベアで搬送されてくる各種食品の移載作業工程が挙げられる。個々の食品がコンベア上で分離した状態で搬送されてくる場合、比較的容易に移載作業の自動化が可能である。しかし、食品が重なり合うなどバラ積みされた状態で搬送されてくる場合には、食品の位置認識や把持の難易度が高くなるため移載作業の自動化の難易度は高くなる。

本研究では、食品製造業で多くの人手を要している移載作業の自動化を目的とし、深度データからバラ積みされた食品の把持個所を認識する技術と、様々な食品の把持を可能とするソフトロボットハンドを開発した。

キーワード：自動化, ハンドリング, バラ積み, ビンピッキング, ソフトロボットハンド, 画像処理

Abstract

The food manufacturing industry often handles a wide variety of raw materials, such as agricultural and marine products, and many processes are performed manually by a large number of workers. Automation using robots is necessary to solve the recent labor shortage and to improve productivity. Processes that are suitable for robot introduction include those in which foods are individually separated and those after packaging and filling. However, when foods are irregularly shaped and stacked in pieces, automation by robots is difficult because of the difficulty in recognizing and grasping the position of the food.

In this study, we developed a technology to recognize the gripping point of foods stacked in pieces from depth data and a soft robotic hand that can grip various foods, aimed at automating transfer operations that require a lot of manpower in the food manufacturing industry.

KEY-WORDS : Automation, Handling, bulk stacking, Bin Picking, Soft Robot Hand, Image Processing

1. はじめに

食品製造業では、多種多様な原材料を扱う必要があることから自動化の実現には高いハードルが存在しており、人手作業の工程も数多く存在する。生産工程別の状況を見ると、「原料処理」、「製造・加工」、「包装・充填」工程では専用の自動化装置の導入が進んでいるものの、対象物（以下、ワーク）を自動化装置へ投入する作業や、次の工程へ移す作業工程では未だ多くの人手を要している。こうした人員を要する工程の自動化を実現し、労働生産性を高めるためにもロボットの導入を進めていく必要があると考える。

ロボット導入に適した工程として、ワークが定形の容器に入っている状態で扱う工程や、包装・充填された対象物を扱う工程が挙げられる。しかし、ワークが不定形かつ重なり合っている工程では、ワーク位置の認識やハンドリングの難易度が高くなるため、ロボットによる自動化は困難となる。

本研究では、食品製造業で多くの人手を要している工程間の移載作業の自動化を目指し、重なり合った不定形状ワークの把持個所認識技術と、様々なワークを把持するソフトロボットハンドを開発した。

重なり合ったバラ積み状態の中からワークを一個取り出す作業はビンピッキング^{1),2)}という研究分野として確立してお

事業名：経常研究

課題名：多様な食品に対応したハンドリング技術の開発

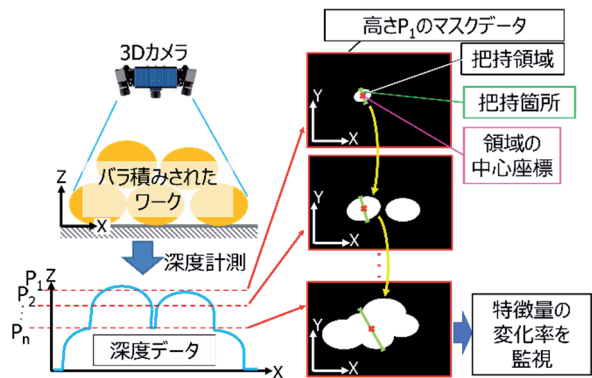


図1 3Dカメラによる対象物の把持箇所認識技術

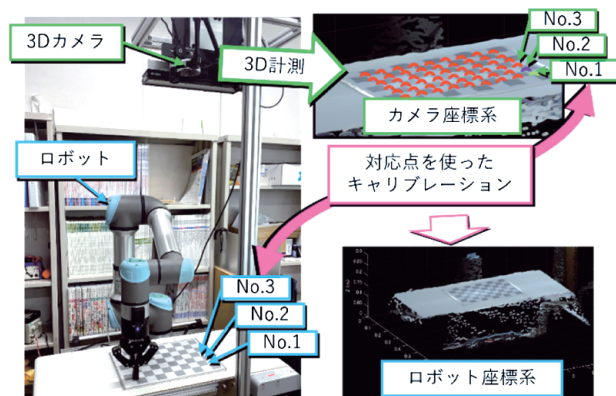


図3 ロボット座標系へのキャリブレーション

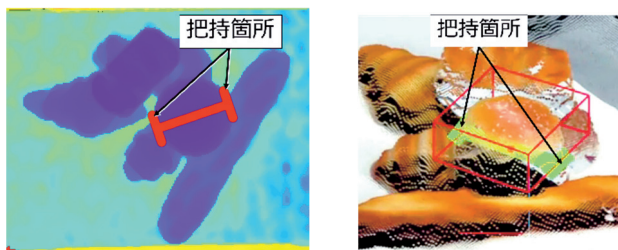


図2 深度データと3次元点群上における把持箇所

り、自動車の製造工程や電子機器の組立工程において適用が進んでいる。これらの工程で扱うワークはCADデータを有する既知の定型物であり、バラ積み状態からピッキングする際には2Dや3Dカメラで撮影したワークの画像データとCADデータを照合するテンプレートマッチングなどの画像処理を施すことによりワークの把持箇所を認識する。一方で、食品製造業で扱うワークは不定形状でCADデータがないため、これまでの画像処理手法を適用することは難しい。昨今では、深層学習による不定形状ワークの個別認識についても盛んに研究が進められているが、学習するためのデータセットをワークごとに用意する必要があるため、未知のワークへの対応は困難である。そこで本研究では、3Dカメラから得られた深度データを使って、未知ワークの把持箇所認識を可能とする技術を開発し、把持試験により有効性の検証を行った。

一方、工業製品など表面が滑らかなワークのピッキングを行う場合、ワークを把持するためのエンドエフェクタとしてエア吸引による吸着ハンドが採用されることが多い。吸着ハンドは点で把持することが可能であり、ワーク同士が重なり合うなど把持できる領域に限られる場合でも、ワークを容易に把持できるためである。また、把持動作の開始から完了までの時間が短いため、タクトタイムの短縮も可能である。しかし、食品製造業で扱うワークは壊れやすい場合や、コロッケなど表面に衣が付着している場合があるため吸着ハンドの適さない場面が多い。そこで、これらの様々な不定形ワークを安定して把持可能な、空気圧駆動型のソフトロボットハンドを開発したので、動作原理や製造方法、さらに性能評価試験結果について報告する。

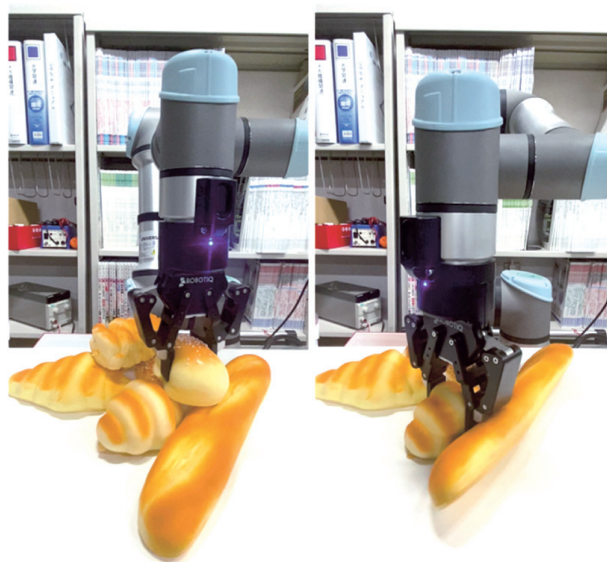


図4 把持試験の様子

2. バラ積みされたワークの把持箇所認識技術の開発

2.1 深度データを用いた把持箇所認識

バラ積みされたワークの把持箇所を認識する際、ワークがCADデータを持たない不定形状である場合においても深層学習による領域分割技術を用いて把持箇所を認識することが可能である。しかし、ワークごとに大量のデータセットを用意する必要があるため、未学習のワークへの適用は時間と労力を必要とする。そこで、あらかじめデータセットを用意することなく未学習ワークの把持箇所を検出するために、3Dカメラから得られた深度データを使ってワーク領域を分割し、把持箇所を認識する技術を開発した。

図1に、3Dカメラによる対象物の把持箇所認識技術の模式図を示す。処理手順としては、バラ積みされたワークを3Dカメラで撮影して深度データを取得する。深度データからワーク最上部の領域が含まれる高さ P_1 の断層画像をマスクデータとして抜き出す。マスクデータから把持領域と把持箇所、領域の中心座標などの特徴量を抽出する。この段階では、把持箇所のXY座標（平面位置）は求まっているが、Z

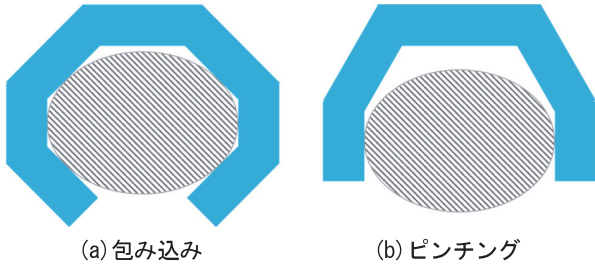


図5 把持モード

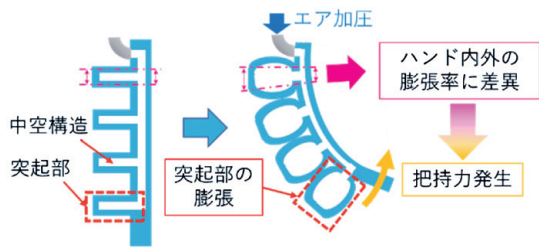


図6 動作原理

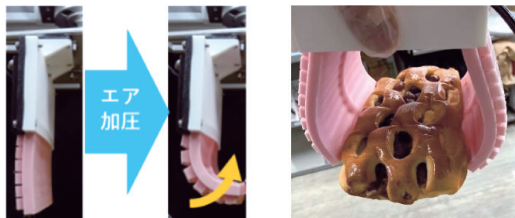


図7 実機による把持動作の様子

軸方向の位置（高さ）は求まっていない。次に、 P_1 よりも低い位置 P_2 のマスクデータを取得し、 P_1 と同様に各特徴量を抽出する。 P_1 と P_2 の各特徴量の変化率を計算し、あらかじめ設定したしきい値以内であることを確認する。 P_2 以降徐々に抜き出す高さを下げてゆき、高さ P_n の断層画像のように、各特徴量が大きく変化した際に、高さ P_{n-1} を把持高さとして最終的な把持箇所が決定する。図2に、深度データと3次元点群上において、本手法により検出した把持箇所を示す。

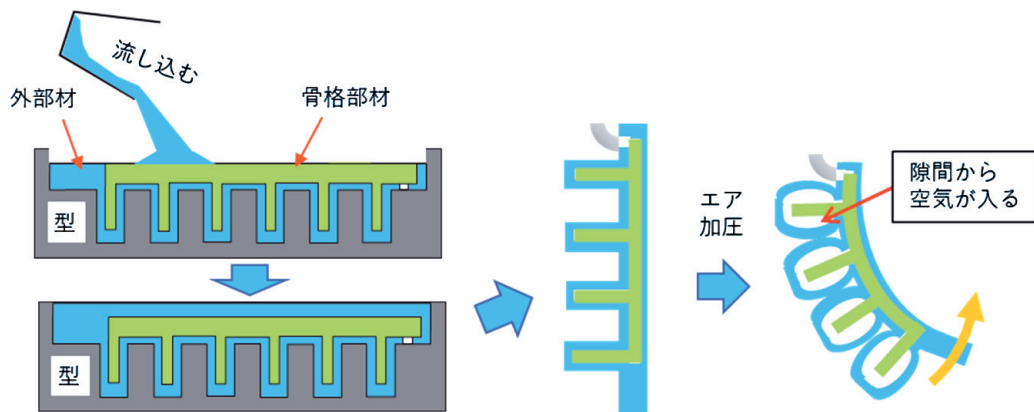


図9 新たな製造工程

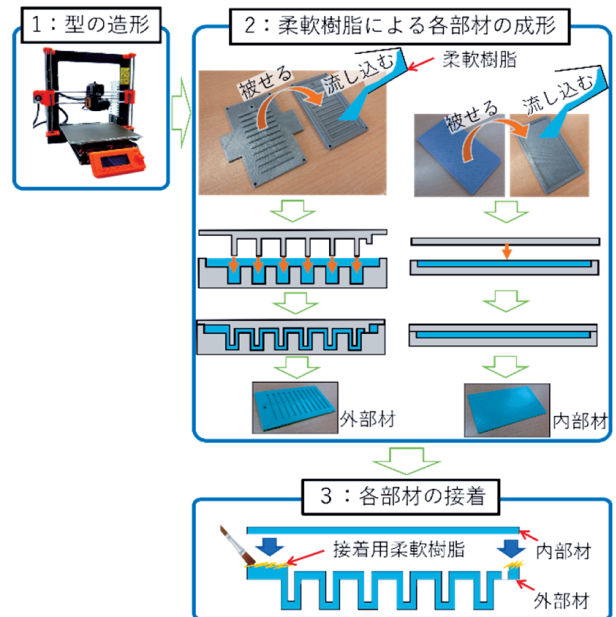


図8 従来の製造工程

2.2 把持試験

本手法の有効性を確認するために、ロボットによる把持試験を実施した。試験の流れとしては、バラ積みワークの直上約1 mの位置に3Dカメラを設置し、取得した深度データから把持箇所を算出、ロボットへ把持箇所の3次元座標とハンドの姿勢を送信することで把持を実現する。ロボットへ座標や姿勢を送信する際、あらかじめチェッカーボード上の対応点を使ったキャリブレーションを実行することで、カメラ座標系をロボット座標系へ変換している（図3）。図4に、把持試験の様子を示す。把持試験を実施した結果、設置したバラ積みワークのすべてを把持することができたが、隣接したワークとの隙間が狭い場合にハンドが隣接ワークに接触するなど、一部課題が残された。また、本試験では一般的に使用されている電動ロボットハンドを使用したため、ワークに過剰な力を与え損傷させる可能性がある。そのため、柔軟かつ不定形状なワークを扱う際には、柔軟な把持を可能とするハンドが必要となる。

3. ソフトロボットハンドの開発

本研究で対象とするワークは柔軟・不定形状な食品であるため、ピンピッキングでよく使われる吸着ハンドによる把持は難しい。そこで、食品を把持対象ワークとした場合の安定した把持を実現するために、エア駆動型ソフトロボットハンドを開発した。

3.1 把持モード

ワークを把持するモードとして、代表的なものに包み込みとピンチング(図5)が挙げられる。壊れやすいワークの場合には包み込みが適するが、一方でタクトタイムの短縮や、把持・配置の位置決め精度が求められる場合には、ピンチングのモードとなるようにハンドの構造を考慮する必要がある。

3.2 動作原理

エアを使って動作させるソフトロボットハンドは構造が複雑となるため、3Dプリンタを用いてゴム系樹脂を積層させることで造形する手法³⁾があるが、積層痕から裂けるなど強度に課題がある。そこで、シリコンなどの柔軟樹脂を成形用の型に入れて成型することで、対象物を把持する上で十分な強度を有するソフトロボットハンドを開発した。図6に、ソフトロボットハンドの動作原理の模式図を示す。突起部を複数持ち、内部は中空となっているため、エアで加圧することにより突起部が膨張する。突起部の膨張によりハンドの内側と外側の膨張率に差異が生じることで、ハンド自体が湾曲し把持力が発生する。図7に製造したハンドの把持動作の様子を示す。

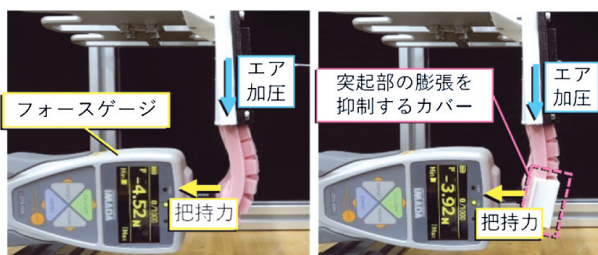


図10 把持力試験

表1 空気圧試験

加速度 m/sec ²	カバーなし				カバーあり			
	リンゴ	ミカン	アボカド	コロッケ	リンゴ	ミカン	アボカド	コロッケ
2.5	○	○	○	○	○	○	○	○
5.0	○	○	○	○	○	○	○	○
7.5	○	○	○	○	○	○	○	○
10.0	○	○	○	△	○	○	○	○
12.5	○	○	○	△	○	○	○	○
15.0	○	△	○	△	○	○	○	○
17.5	×	△	△	△	○	○	○	○
20.0	×	△	×	△	×	○	○	×

○：把持維持、×：落下、△：巻き込み

3.3 製造方法

図8に、ソフトロボットハンドの従来の製造工程を示す。まず、シリコンなどの柔軟樹脂を成形するための型を3DプリンタによりPLA (Poly Lactic Acid: ポリ乳酸) 樹脂で造形する。次に、柔軟樹脂のSMOOTH-ON製シリコンゴム Dragon Skin30⁴⁾を流し込み、型を被せることで、ソフトロボットハンドを構成する内部材と外部材を成型する。これら2部材間にDragon Skin30を塗布し、接着させることでエア駆動型のソフトロボットハンドが完成する。製造したハンドをエアで加圧することで把持動作は可能であったが、しばらく動作させたところ、接着した箇所からの破損が確認された。

そこで、構造と製造工程を見直し、新たにハンド内に骨格部材を入れて成型することで、ハンドの剛性及び強度向上を実現させた。図9に、改良した新たな製造工程を示す。従来の製造工程と同様に型を使って外部材を成型するが、使用する柔軟樹脂をDragon Skin30より硬度が高いSMOOTH-ON製のSmooth-Sil 940⁵⁾へと変更した。新たに3Dプリンタにより柔軟樹脂のHottyPolymer(佛製HPフィラメントスーパーフレキシブルタイプ⁶⁾)で骨格部材を造形し、外部材とともに型に設置する。外部材と同じ柔軟樹脂のSmooth-Sil 940を型に流し込み成型することでソフトロボットハンドが完成する。このように、ハンド内部に骨格部材を設置すること、2部材間の接着工程を廃止することにより、ハンド本体の剛性及び強度が向上した。従来の製造工程によるハンドの構造

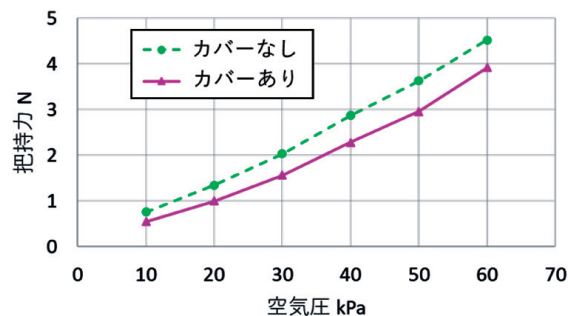


図11 空気圧と把持力の関係

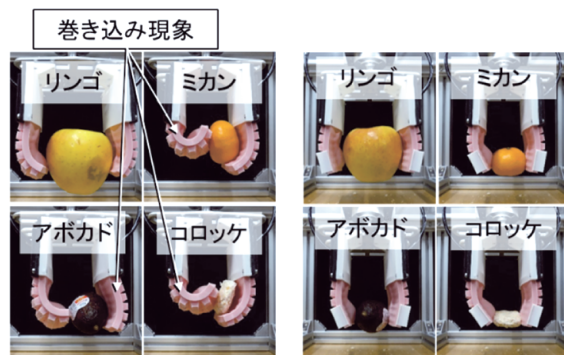


図12 ワーク把持試験 (空気圧 60kPa)

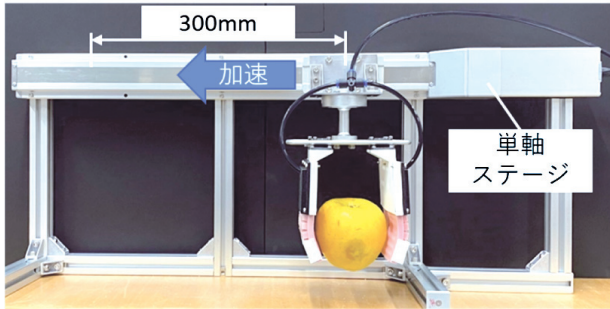


図13 加速度試験（空気圧 50kPa）

と比べると中空ではないが、骨格部材と外部材はそれぞれ異なる材料を使っているため互いに接着はしない。そのため、エアの加圧により骨格部材の隙間から空気が入ることで突起部は膨張し、ハンドの把持動作が可能となる。

3.4 評価試験

開発したソフトロボットハンドの性能を検証するため、各種評価試験を行った。ハンドへ加える空気圧を変えてハンド先端に生じる把持力の計測を行った。図10に、実験環境を示す。把持力の計測はイマダ製デジタルフォースゲージZTS-50Nを使用した。ハンドの形状が把持動作へ与える影響を検証するために、ハンド先端まで突起部があるもの（以下、カバーなし）、ハンド先端側の突起部の膨張を抑制するカバーを装着したもの（以下、カバーあり）の2種類のハンドを用意した。図11に、空気圧と把持力の関係を示す。カバーなしに比べてカバーありの把持力は15～38%低い結果となった。これは、カバーありの場合、把持力を発生させる突起部の個数が少なくなったためと考えられる。

次に、ワークを把持するのに必要な空気圧を求めるための把持試験を実施した。ワークとしてリンゴ（351g）、ミカン（87g）、アボカド（127g）、冷凍コロケ（32g）を用意した。表1に、空気圧試験の結果を示す。カバーなしの結果について、徐々に空気圧を上げていき、全ワークを把持したのは50kPaだったが、60kPaでワークを巻き込む現象が観察された。カバーありは40kPaで全ワークの把持が可能で、巻き込み現象は発生しなかった。

図12に、空気圧60kPaを加えた時のワークの把持状態を示す。カバーなしがワークを巻き込む現象については、ハンド先端まで均一に湾曲することでワークと接触する領域が小さくなったためと考えられる。一方、カバーありはハンド先端側が湾曲しないためにワークとの接触領域が大きくなり、結果として安定した把持状態を実現していると考えられる。

続いて、ワークを把持した状態で水平方向に一定の加速度を加えた時の把持状態を評価する加速度試験を行った。図13に、加速度試験の環境を示す。試験方法としては、ハンドに50kPaの空気圧を加えてワークを把持し、所定の加速度を与えて加速させた後に所定の加速度で減速させ、300mm移動

表2 加速度試験

加速度 m/sec ²	カバーなし				カバーあり			
	リンゴ	ミカン	アボカド	コロケ	リンゴ	ミカン	アボカド	コロケ
2.5	○	○	○	○	○	○	○	○
5.0	○	○	○	○	○	○	○	○
7.5	○	○	○	○	○	○	○	○
10.0	○	○	○	△	○	○	○	○
12.5	○	○	○	△	○	○	○	○
15.0	○	△	○	△	○	○	○	○
17.5	×	△	○	△	○	○	○	○
20.0	×	△	×	△	×	○	○	×

○：把持維持、×：落下、△：巻き込み

したところで停止させたときの把持状態を観測する。加速度を与える装置は、SMC製の単軸ステージLEFS32S3H-500B-S2A11を使用した。

表2に、加速度試験の結果を示す。カバーなしの結果について、加速度を上げていき、全ワークの把持を維持したのは7.5m/sec²までで、約1Gとなる10m/sec²ではワークの巻き込み現象が観察された。巻き込み現象を把持維持と見なした場合、加速度15m/sec²までは把持状態を維持することが可能であることを確認した。一方でカバーありについては、全ワークの把持維持は17.5m/sec²まで可能であり、巻き込み現象は発生しなかった。

カバーなしの場合、加える空気圧に対して先端に生じる把持力は高いが、ハンド先端まで湾曲するためワークと接触する領域が小さくなり、把持状態が不安定となることがわかった。また、加速度が与えられるなど外力が加わった場合には巻き込み現象が生じる。ピンチングモードでワークを把持する場合、巻き込み現象が発生するとハンドとワークそれぞれの位置や姿勢の把握が難しくなり、ワークを配置する際の位置決め精度が低下する。一方で、カバーありの場合は巻き込み現象が発生しないため把持状態が比較的安定しており、高い加速度を与えてもハンドとワークの位置や姿勢を維持できることを確認した。

以上の結果から、ワーク配置の精度が求められる場合にはピンチングモードでの把持が適しているため、カバーありのようなハンド先端の湾曲を抑えるハンド構造にすることが望ましい。

4. おわりに

本研究では、食品製造業で多くの人手を要している移載作業の自動化を目的として、バラ積みワークの把持個所認識技術と空気圧駆動型のソフトロボットハンドを開発した。

把持箇所認識技術として、深層学習による手法があるが事前に大量のデータセットを用意する必要がある。そこで、未学習ワークへ対応するために、深度データから把持箇所を認識するアルゴリズムを開発した。把持試験により本手法の有

効性を確認したが、ハンドが隣接ワークに接触するなど一部残された課題については今後対応していく予定である。

また、多様な形状のワークを把持するために、シリコン系の柔軟樹脂を成形し、空気圧を加えることで動作するソフトロボットハンドを開発した。さらに、構造と製造工程を見直し、内部に骨格部材を入れることで強度向上を実現した。また、把持試験や加速度試験の結果について述べ、把持モードに応じたハンドの設計指針を示した。今後は、ソフトロボットハンドの耐久性の向上や製品化を視野に入れた改良に取り組む予定である。

参考文献

- 1) 荒井 翔悟：「ピンピッキング&キッティングのためのロボットシステム」, 日本ロボット学会誌, 37巻, 10号, pp. 938-942 (2019)
- 2) Chungang Zhuang, Zhe Wang, Heng Zhao, et.al: “Semantic part segmentation method based 3D object pose estimation with RGB-D images for bin-picking”, Robotics and Computer-Integrated Manufacturing, Vol. 68 (2021)
- 3) 平井 慎一：「食品ハンドリング用ロボットハンド」, 計測と制御, 56巻, 10号, pp. 787-791 (2017)
- 4) サック株式会社, “Dragon Skin[®]シリーズ”, http://sac-corp.co.jp/products/DRAGON_SKIN_TI.pdf [accessed Jun. 22, 2022]
- 5) サック株式会社, “Smooth SilTMシリーズ”, http://sac-corp.co.jp/products/Smooth-Sil_TI.pdf [accessed Jun. 22, 2022]
- 6) ホッティーポリマー株式会社, “HPフィラメント スーパーフレキシブルタイプ”, https://www.hotty.co.jp/products/hottypost_17/ [accessed Jun. 24, 2022].

レーザー照射による黒色ジルコニア材の表面改質

中嶋 快雄, 戸羽 篤也, 飯野 潔

Surface Modification of Black-Zirconia Plates by the Laser Beam Irradiation

Yoshio NAKAJIMA, Atsuya TOBA, Kiyoshi IINO

抄 録

ジルコニア焼結材は一般に白色で、工業材料のほか装飾品などに用いられるが、焼結条件によっては黒色を呈するものを製作できる。筆者らは、黒色ジルコニア板の表面に大気中でレーザーを照射すると、金属光沢を有する表面状態に変化することを見いだした。そこで、レーザー照射による黒色ジルコニア材の表面改質の可能性を探るため、照射条件を変えてレーザー照射実験を行い、生成された改質皮膜表面の観察とその品質評価を行った。その結果、黒色ジルコニア表面にレーザーを照射した部位にはジルコニウム窒化物の生成が推定され、その皮膜は導電性を有すること、400℃程度まで加熱しても導電性を維持すること、塩水や酸などの腐食環境に対して変質しにくいことなど、改質皮膜の物性に関する知見を得た。

キーワード：ジルコニア（酸化ジルコニウム）、レーザー照射、導電性皮膜

Abstract

The black zirconia which combined some additive materials is used for accessories as an example. We have found that a surface coating layer which have metallic luster and electrical conductance is made on the black zirconia by a laser beam irradiation in the atmosphere. In order to research possibility of the surface coating layer forming on black zirconia materials, we observed the surface coating, and we evaluated the quality of the surface coating layer which generated by laser irradiation with several conditions. As a result, it was estimated that zirconium nitride have been generated on the surface of black zirconia by the laser beam irradiation, and we got the knowledge about the properties of the surface coating layer on the black zirconia as following; it has the electric conductivity, it maintained conductivity even if it heated around 400 degrees Celsius, and it is hard to change in quality for corrosion environment such as brine or acid.

KEY-WORDS : Zirconia; Zirconium oxide, Laser-beam Irradiation, Conductive coating

1. はじめに

ジルコニアは、金属ジルコニウムの酸化物である二酸化ジルコニウムを主成分とするセラミックス材料であり、工業的に生産されるものは通常は白色を呈する。しかし、ジルコニウムに他の元素を添加して生成したジルコニアには黒色を呈するものがあり、装飾品などの用途で用いられている。

筆者らは、黒色ジルコニア板の表面に大気中でレーザーを照射した実験で、その表面に金属光沢を呈し、導電性を有する皮膜（以下「改質皮膜」という）が生成する現象を見いだした。

一般にセラミックス材料は、耐熱性、耐環境性に優れるな

どの特性を有する。一方、セラミックス材の多くは電気伝導率が極めて小さく、絶縁体に分類される¹⁾。したがって、セラミックス材料に導電性皮膜を形成する技術が実用化できれば、セラミックス特有の熱や腐食環境下に耐える性質を持たせた電気・電子デバイスなどへの応用展開も期待できる。

セラミックス表面に生成した導電性皮膜の応用やその実用性に関する今後の検討を進める上で、改質皮膜の性質やその生成メカニズムについて知見を得ておく必要がある。本報告では、黒色ジルコニア板の表面に生成した改質皮膜の分析、及びその皮膜の特性として熱や腐食環境に対する耐性を評価した。さらに、導電性皮膜が生成する機構について考察したので報告する。

事業名：経常研究

課題名：レーザー加工によるセラミックスの表面改質に関する基礎試験（令和3年度～）

2. 実験方法

2.1 黒色ジルコニア

ジルコニアは、ジルコニウム（元素記号 Zr，原子番号40）の酸化物で、一般的には酸素2原子と化合した二酸化ジルコニウム（ZrO₂）を指す。通常は白色を呈するセラミックス材料で、特に融点が2715℃と高温に耐えるため、耐熱性素材として多く用いられる。また、ジルコニアの生成過程で、コバルト、亜鉛、鉄、アルミニウム、イットリウムなどの元素を適量配合した素材を添加することにより、黒色のジルコニア焼結体が得られる例が報告されている²⁾。

本報告で実験に供した黒色ジルコニアは、国立研究開発法人産業技術総合研究機構（産総研）中部センターから、材料表面にレーザーを照射したときにどのような変化が生じるかを観察することを目的としていくつかの機関が共同して実験を行うために提供を受けたものであり、ジルコニア粉末を加圧通電焼結して製作したものである³⁾。供試材の形状は直径約φ30mm，厚さは概ね3.0mmの円形板である。図1に供試材の外観を示す。

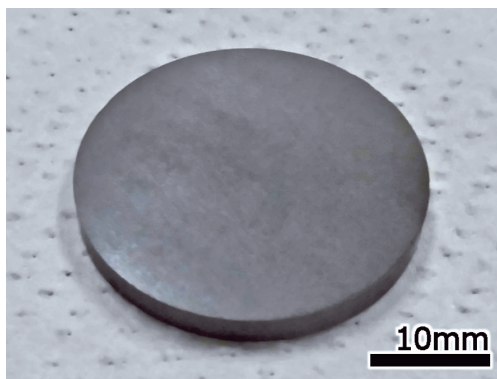


図1 黒色ジルコニア供試材の外観

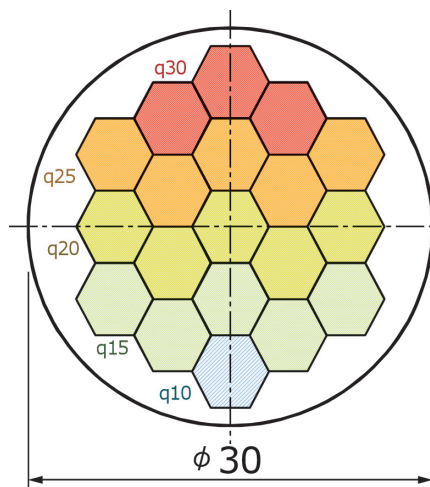


図2 レーザー照射位置・領域配置図

2.2 改質皮膜の観察

改質皮膜の外観を試料上面から肉眼及び光学実体顕微鏡で観察した後、走査型電子顕微鏡JSM-6610LA（日本電子株式会社製）によりマイクロ観察と観察領域の元素分布の状態を測定した。

レーザー照射実験は、金属粉末積層造形装置 LUMEX Avance-25（松浦機械製作所製）を使用し、雰囲気を大気中あるいは低酸素の窒素ガス雰囲気（酸素濃度2%以下）で行った。同装置では、レーザー照射条件として、レーザー出力 P [W]，レーザー集光径 D [mm]，レーザー走査速度 v [mm/s]，レーザーハッチング間隔 e [mm] を設定することができる。供試材へのレーザー照射による加工皮膜の生成には、適宜これらの条件を変化させて実施した。

一般に、レーザー照射条件の指標にはレーザー照射面積に対する照射熱エネルギー量で定義する“エネルギー密度”が用いられる。本実験では、レーザーの単線走査に対して単線エネルギー密度 q_s [J/mm²]，面状ハッチング走査に対して比面積エネルギー密度（単に「エネルギー密度」という） q [J/mm²] を以下の式で定義して用いた^{4,5)}。

$$\text{単線エネルギー密度； } q_s = \frac{P}{vD} \quad (\text{式1})$$

$$\text{エネルギー密度； } q = \frac{P}{ev} \quad (\text{式2})$$

図2にレーザー照射位置・領域の配置を、また表1に各領域のレーザー照射条件を示す。改質皮膜の観察を行うため、供試材上に六角形の領域を19箇所設定し、それぞれレーザー照射条件を変えて面状にハッチング照射した。レーザー照射

表1 レーザー照射条件

レーザー照射パラメータ	q30	q25	q20	q15	q10
レーザー出力 P [W]	160				
レーザー集光径 D [mm]	0.15				
レーザー走査速度 v [mm/s]	533	640	800	1066	1600
ハッチング間隔 e [mm]	0.1				
エネルギー密度 q [J/mm ²]	3.0	2.5	2.0	1.5	1.0

条件は、六角形領域の最上部山形に3つを q 30領域，その直下W字型に5つを q 25領域，その下5つを q 20領域，さらにその下5つを q 15領域，最下部の1つを q 10領域とし，それぞれの領域に表1に示すようにレーザー出力 P ，集光径 D ，ハッチング間隔 e を一定とし，エネルギー密度 q が上部グループから3.0，2.5，2.0，1.5，1.0 J/mm² となるようにレーザー走査速度を変化させた。また、レーザー照射回数は、図2で最も左側列の3領域は2回，その右隣りの4領域は4回，中央の5領域は6回，その右4領域は8回，最も左側列の3領域には10回のレーザー照射を繰り返した。

さらに、供試材を加工面に対して垂直断面で切断し、その断面のレーザー照射部近傍を改質皮膜と同様にマイクロ観察と元素分析を行った。

次に、各面状ハッチング領域の外周輪郭にレーザー単線照

射することを想定し、供試材に単線レーザー照射試験を行った。図3にレーザー照射後の供試材外観写真を示す。レーザー照射実験は、最初に写真の上半分の領域にレーザー照射条件を変えて10個の輪郭線を加工した後、再現性を確認するために試料を上下逆さまになるように回転させて、2度目の照射実験を行った。このときのレーザー照射条件は、レーザー出力 P を160Wとし、図3の写真の上半分に対して、レーザー集光径 D を左列から右へ向かって 0.15mm, 0.25mm, 0.50 mmに、式1で示した単線エネルギー密度 q_s を下から上側に向かって 0.50 J/mm^2 , 0.75 J/mm^2 , 1.00 J/mm^2 , 1.25 J/mm^2 になるように設定した。

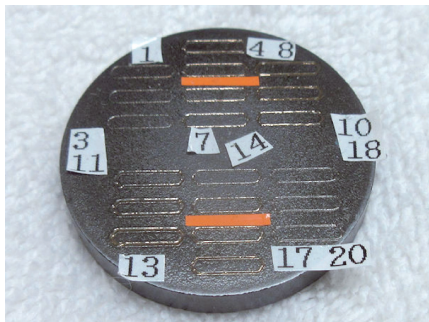


図3 レーザーの線状照射による加工試験片の外観

2.3 電気的特性評価

改質皮膜の電気的特性評価は、表面抵抗率を測定して行った。表面抵抗率は、薄膜の電気抵抗に関する評価指標の一つで、薄膜の一辺1 cmの正方形領域に対する印加電圧と電流値で定義される。図4の模式図に示すように、薄膜上に間隔 L [cm] で並行に設けた長さ W [cm] の電極に、電圧 E [V] を印加した時に計測される電流値 I [A] により、表面抵抗率 ρ_s [$\Omega/\text{sq.}$] (単位は [Ω/\square] で表記される場合もある) を次式で計算して求める。

$$\text{表面抵抗率;} \quad \rho_s = \frac{V \cdot W}{I \cdot L} \quad (\text{式} 3)$$

電気伝導性評価試験片は、供試材の表面に図5に示す面状パターンと線状パターンでレーザー照射加工したものをを用いた。面状パターンのレーザー照射条件は、レーザー出力 $P=160 \text{ W}$ 、集光径 $D=\phi 0.3 \text{ mm}$ 、レーザー走査速度 $v=200 \text{ mm}$ とし、レーザー走査のハッチング間隔 e を0.15 mm, 0.20 mm, 0.25 mmの3水準に設定した。一方、線状パターンのレーザー照射条件は、レーザー出力 $P=80 \text{ W}$ 、集光径 $D=\phi 0.2 \text{ mm}$ 、レーザー走査速度 $v=800 \text{ mm}$ とし、間隔 $e=0.1 \text{ mm}$ を空けた2本の線照射で線状パターンを加工した。このとき、このパターンを1回だけ照射した試験片に加えて、同じパターンを3回、及び5回照射して加工した試料を用意した。

また、これらのパターンには、直径0.6 mmの端子を1.5

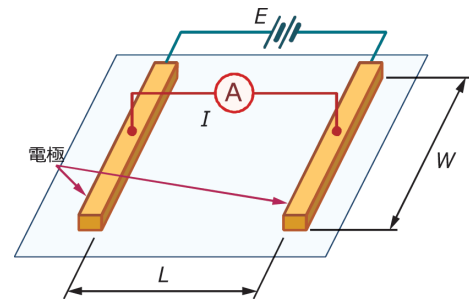
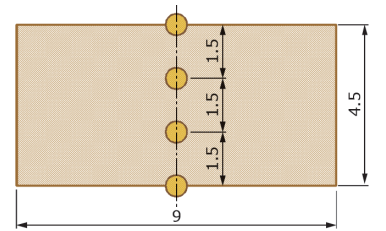
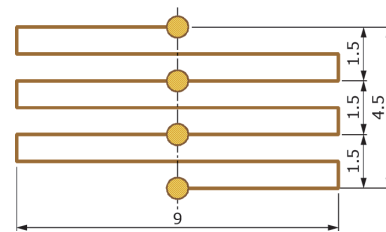


図4 表面抵抗率の計測方法



a) 面状照射パターン



b) 線状照射パターン

図5 電気伝導性評価用レーザー照射パターン

mmの等間隔に4つ配置した。端子部は、それぞれのパターン加工が終了した後、レーザー出力 $P=80 \text{ W}$ 、集光径 $D=\phi 0.2 \text{ mm}$ 、レーザー走査速度 $v=400 \text{ mm}$ 、ハッチング間隔 $e=0.05 \text{ mm}$ の照射条件で追加工した。

表面抵抗率の計測は、低抵抗率計 MCP-T610 (三菱化学アナリテック製) を使用し、レーザー照射によって生成した表面端子の両端に90 Vの電圧を印加し、そのときに中央2端子間を流れる電流値を計測して式3により算出した。

さらに、黒色ジルコニアにレーザー照射した部位のSEM観察とEPMA分析を行った。

2.4 耐環境性の評価

改質皮膜の耐環境性能として、耐食性と耐熱性を評価した。これらの試験には、入手した供試材の数が限られるため、改質皮膜を含む供試材の破片を試験片として用いた。

耐食性の評価試験では、溶液として、有機溶剤のうちからアセトン (試薬原液) を、海水を模して塩水 (濃度3.5 wt %) を、酸のうちから硫酸水溶液 (濃度1.0 vol %) を選んだ。試験片を、この順に常温×1週間の条件で各溶液中に浸漬し、浸漬前後の外観と表面抵抗率を比較した。

耐熱性の評価は、大気雰囲気電気炉で設定した温度に30分間保持した後取出し、前後の外観観察を行った。実験は効率的に行うため、試料4片を電気炉に装入し、昇温→100℃で30分保持→試料1片を取出し（空冷。以下同じ）→昇温→220℃で30分保持→試料1片を取出し→昇温→300℃で30分保持→試料1片を取出し→昇温→400℃で30分保持→試料1片を取出し→加熱終了、の手順で加熱を行った。これらについて観察等を行った後、外観に変化が認められなかった3片を選び、再度、加熱実験（手順は上記とほぼ同様で、保持温度が600・800・1000℃）に供した。なお、最初の試験において220℃を設定したのは、既存のプラスチックを基材とした配線基盤では、プラスチックの耐熱温度が220℃であることによる。

3. 実験結果

3.1 レーザー照射による黒色ジルコニア表面加工

レーザー照射条件、照射回数を変えてレーザー照射したときの加工面外観の差を確認するため、直径φ30mm×厚さt3mmに加工した機械構造用炭素鋼鋼材（S45C）の表面にサンドブラスト処理を施した材料で予備実験を行った。図6にレーザー照射加工を実施した試料の外観を示す。レーザー照射条件（エネルギー密度 q ）を変化させた縦方向の比較、及び照射回数を変化させた横方向の比較において、両者の条件変化による加工部表面の変色に差が認められることから、レーザー加工条件の違いが生成皮膜の状態に変化を与えることが確認された。

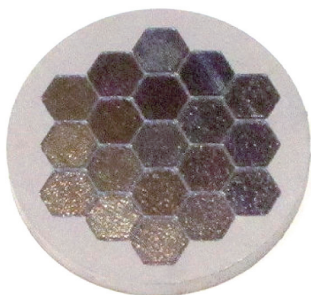
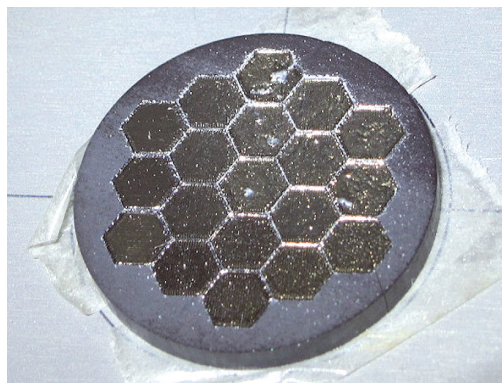


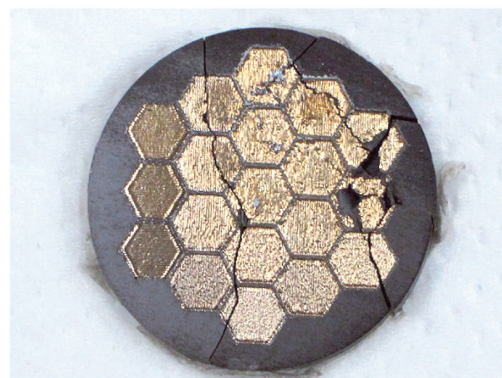
図6 炭素鋼材による予備加工結果

この結果を受けて、上記の加工条件によって黒色ジルコニア供試材に対してレーザー照射を行った。図7-a)に実験装置中に設置した供試材にレーザー照射を実施した直後の写真を、図7-b)に装置から取出して室温でしばらく置いた試料を直上方向から観察した写真を示す。

照射直後の試料に見られない亀裂が、取出し後の試料に認められるが、これはレーザーによる熱履歴を受けて内部に残留応力が生じ、取出す時（粘着テープから引剥がした時）に外から荷重が加わったことで供試材に生じていた微小クラックなどが起点となって破損に至ったものと推測する。



a) 照射直後の外観写真



b) 上面視野写真

図7 黒色ジルコニア材へのレーザー照射試験結果

供試材は、レーザーを照射した領域が金属光沢を呈しており、レーザーの照射により何らかの皮膜が生成されたことを確認した。レーザーをハッチング照射した領域を観察すると、目視による外観観察ではレーザーの照射条件の変化による生成皮膜の状態に大きな差異は認められなかった。さらに面状照射領域を詳細に観察すると、走査方向に加工中に生じたと思われる縞模様が認められた。この縞模様は、レーザー照射加工によって供試材表面に凹凸が生じた可能性を示唆しており、その原因として、生成皮膜の厚みの変化、あるいは供試材表面の熔融などが考えられる。

単線レーザー照射の結果、いずれもレーザー照射により、その部位に金属光沢を有する生成物が認められた。これらの目視観察では単線エネルギー密度の変化に対する明確な差異は見られなかったが、レーザー集光径が大きくなるにつれて生成線幅が大きくなる傾向が認められた。この実験条件設定の範囲では生成皮膜を得るレーザー照射条件の下限は不明であるが、単線エネルギー密度が 0.5 J/mm^2 以上の条件で改質皮膜が得られることがわかった。

いずれの線状加工部位にも表面の凹凸が認められたので、次にその部位の断面のマイクロ観察を行った。図8に断面観察の例を示す。この写真では、レーザー照射によって供試材表面の熔融が推測できる様態を示している。表面から内部方向に進展する亀裂が認められるが、これは、レーザー照射で供試材表面が熔融した際に、冷却過程の凝固収縮によって亀裂

が生じたと推測する。

レーザー照射で生成された改質皮膜部にテスターを当てて電気抵抗の程度を測定したところ、元の黒色ジルコニア素材部と比較して明らかに電気抵抗が小さいことがわかった。このことから、黒色ジルコニアの表面にある条件の下でレーザーを当てると、電気を通しやすい化合物がその表面に生成したことが推測される。

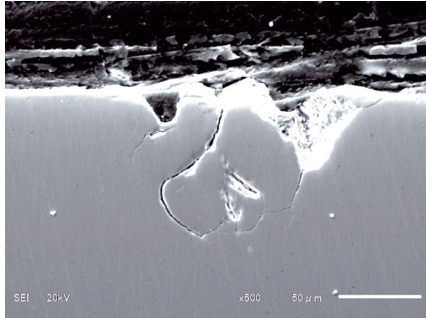


図8 線状レーザー照射部の試験片断面観察 (SEM)

図9に、EPMA分析の結果を示す。写真の中央付近に約0.2 mmの幅で帯状にレーザー照射の痕跡が見られる。この部位のジルコニア、酸素、窒素の元素分布をみると、ジルコニアと酸素は、ほぼ全域に分布しているのに対して、窒素は帯状のレーザー照射部に多く分布する様子が認められる。これらの分析結果から、改質皮膜は黒色ジルコニア素材に含まれるジルコニウムとレーザー照射雰囲気中の窒素とが反応して窒化ジルコニウム等の化合物を生成した可能性が示唆された。

図10に、レーザー改質部のXRD分析の結果を示す。回折強度にピークが現れる回折角度から、レーザー照射によって生成された皮膜には、ジルコニウムのほか、酸素、窒素、炭素を含む化合物が認められた。

3.2 電気的特性の評価

図11に、黒色ジルコニア表面にレーザーを面状照射及び線状照射した試料の外観を示す。上半分のレーザー面状ハッチング照射の走査間隔 e は、図に示すように0.15~0.25 mmの3水準である。目視による外観観察でもハッチング間隔の差異が判明できるほどの凹凸が認められる。一方、下半分の線状照射部については、照射回数 N が図に示すように、1回~5回の3水準である。目視観察で照射回数が増加するにしたがって線の太さが変化する状態が認められる。

表2に、これらのレーザー加工部位に設けた4つの接点加工部を電極として表面抵抗率を計測した結果を示す。面状ハッチング照射した改質皮膜の表面抵抗率は $7.7 \times 10^1 \sim 1.8 \times 10^2$

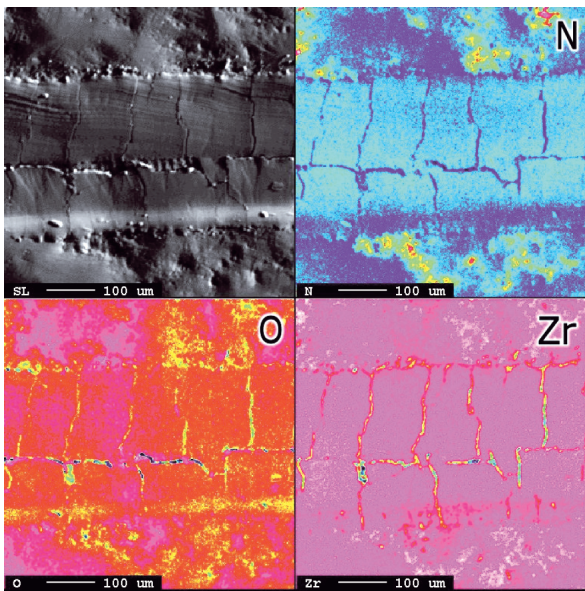


図9 試料表面のEPMA分析結果

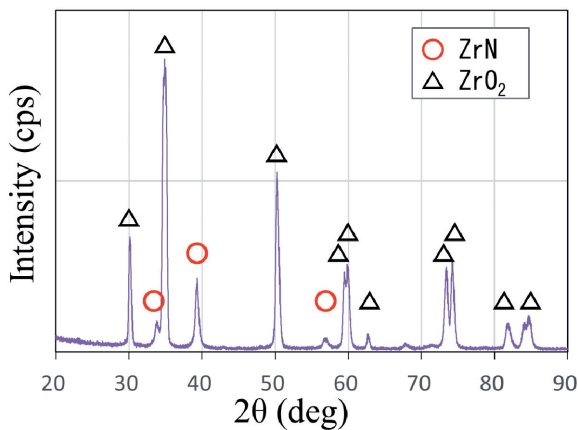


図10 改質部のX線回折結果

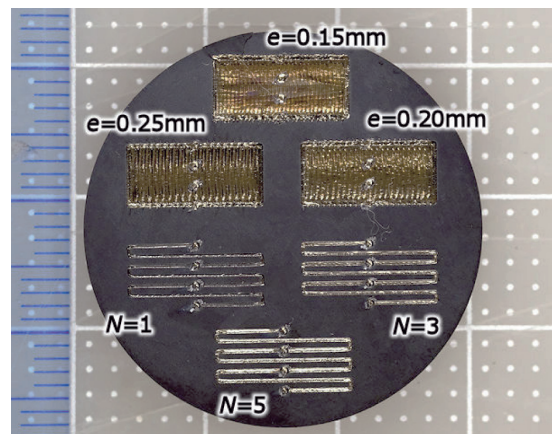


図11 電気伝導性評価用試験片の外観

表2 表面抵抗率計測結果

レーザー照射条件		表面抵抗率 [$\Omega/\text{sq.}$]
面状レーザー照射	$e=0.15\text{mm}$	1.8×10^2
	$e=0.20\text{mm}$	7.7×10^1
	$e=0.25\text{mm}$	1.0×10^2
線状レーザー照射	$N=1$ 回	計測されず
	$N=3$ 回	8.5×10^4
	$N=5$ 回	7.8×10^4

Ω/sq.である。これに対し、線状照射した改質皮膜について、1回のみ照射部は電極部分と照射パターンとの接触が完全でなく表面抵抗率が計測できなかったが、残りの2つは $7.8 \times 10^4 \sim 8.5 \times 10^4 \Omega/sq.$ と高い抵抗率となっている。線状照射パターンは、面状照射パターンに比べて電気の通路が狭く、到達経路も長いことから、表面抵抗率は数百倍程度の差として計測されたものとする。線状照射の回数の違いで改質皮膜の幅に差が生じていたが、電気抵抗率への改質パターン幅の影響は小さかった。

3.3 耐環境性の評価

試料の耐食性については、有機溶剤（アセトン）、塩水、希硫酸溶液のいずれへの浸漬試験においても、各溶液浸漬前後の試料の外観に関して大きな差は認められなかった。表3に、塩水と希硫酸溶液への浸漬前後の面状照射部と線状照射部での表面抵抗率を比較した結果を示す。塩水への浸漬試験では浸漬前後の表面抵抗率は大きく変化しなかったが、硫酸水溶液に浸漬した後の表面抵抗率は、面状照射部では大きく変化しないが、線状照射部では約500倍に増大していた。この原因としては、前述のレーザー照射部に生じる亀裂付近が

表3 塩水・希硫酸浸漬試験前後の表面抵抗率比較

試験条件/供試材		表面抵抗率 [Ω/sq.]	
浸漬溶液	照射パターン	浸漬前	浸漬後
食塩水	面状照射	2.4×10^2	5.3×10^2
	線状照射	1.8×10^5	5.1×10^5
硫酸水溶液	面状照射	5.3×10^2	2.5×10^3
	線状照射	5.1×10^5	2.6×10^8

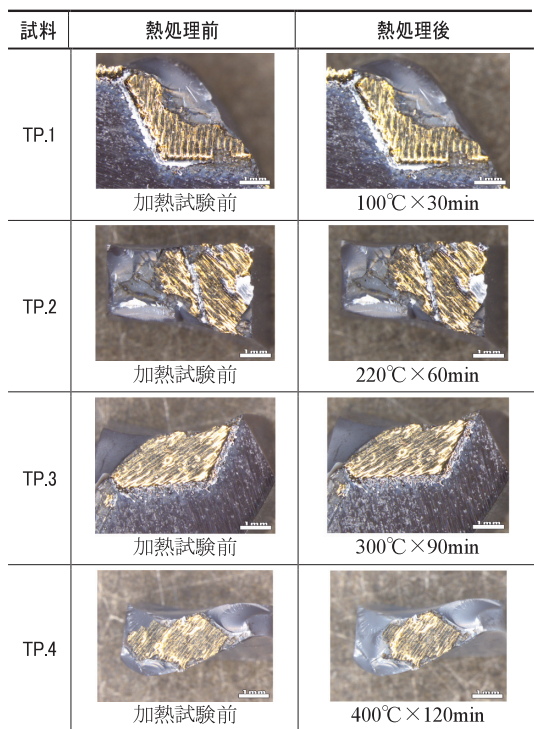


図12 各条件で熱処理した供試材試料の外観

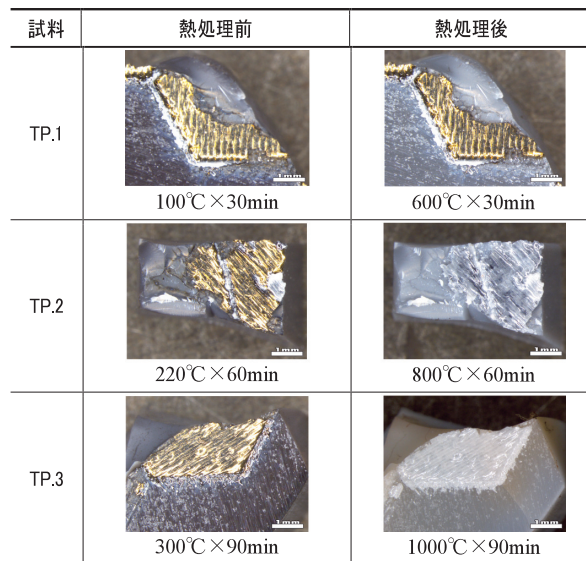


図13 各条件で熱処理した供試材試料の外観

酸によって選択的に腐食された可能性が考えられる。この結果より、面状照射による改質皮膜は、塩水に対して強い耐食性が期待できると考えられる。

一方、耐熱性試験は、改質皮膜を含む供試材片を用い、条件を変えて熱処理した。図12及び図13に熱処理後の試料外観写真を示す。概ね300°C以下では外観上に変化は見られないが、400°C以上になると黒色ジルコニア供試材の色が白色を帯び始め、800°C以上では供試材に加えて改質皮膜の金属光沢もなくなって白色化した。この結果より、レーザー照射によって黒色ジルコニア表面に生成した改質皮膜は加熱によって分解し、30分間の加熱時間では、600°Cまでは皮膜を維持するが、それを超える温度では酸化物に変化してしまうと推定される。これより長時間の加熱条件では、さらに低い温度

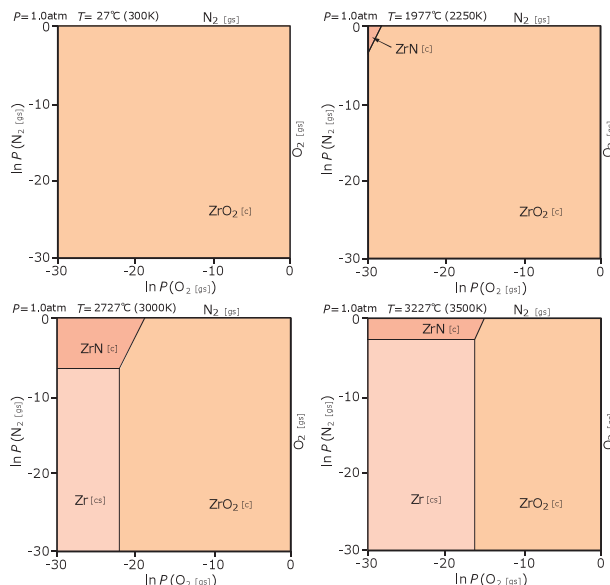


図14 Zr-O-N系二次元化学ポテンシャル図

で分解する可能性もあるが、入手できる試料に限りがあったので、その検証実験は今後の検討課題とする。

4. 考 察

4.1 レーザー照射による皮膜生成機構

黒色ジルコニア材表面にレーザーを照射することで改質皮膜が生成する現象について、実験で得られた知見に基づいて考察する。

改質皮膜が生成された部位の断面観察で表面加工部に溶融が生じたと考えられることから、レーザー照射によってジルコニウムあるいはその化合物の融点以上に昇温されたと推測される。また、皮膜が生成された部位の EPMA 分析結果から、レーザー照射によってジルコニア材表面にはジルコニウムの窒化物（例えば、窒化ジルコニウム/ZrN）が生成されたと推測される。窒化ジルコニウムは導電性を有するとの報告⁶⁾があり、改質皮膜の導電性は窒化ジルコニウムの生成に由来するものと考えられる。

レーザーの照射によるジルコニウムの窒化物生成の可能性を考察するための参考として、熱力学データベースシステム (MALT for Windows) により、いくつかの温度条件における化学ポテンシャルを計算した。図14に、室温付近の27°C (300K)、1977°C (2250K)、ジルコニアの融点温度付近の2737°C (3000K)、及び3227°C (3500K) の大気圧 (1.0atm) における Zr-O-N 系の二次元化学ポテンシャル図⁷⁾を示す。レーザー照射実験の雰囲気である酸素 2.0 vol % 以下の窒素雰囲気は、これらの図それぞれにおいて最も左上隅付近に相当する。化学ポテンシャル図は、温度が1727°C (2000K) までは室温のときと一様に同じものであり、およそ1700°Cまで加熱してもジルコニア窒化物生成の可能性が低い。温度設定を1977°Cとして計算した化学ポテンシャル図には、レーザー照射試験の雰囲気に相当する領域に窒化ジルコニウム生成の可能性が示された。ジルコニアの融点付近 (2737°C) で計算した化学ポテンシャル図でも試験雰囲気に相当する部位に窒化ジルコニウムの生成領域が広く分布している。ジルコニアの融点以上でもこの領域に窒化ジルコニウム生成領域がありうることを示唆された。

耐熱試験の結果から、大気雰囲気下600°C×30minの熱処理条件までは改質皮膜が維持し、800°C×30min以上の熱処理で改質皮膜が分解する現象を確認したが、化学ポテンシャル図から2000°C以下では窒化ジルコニウムは分解する方向に反応が進むことが示唆されるので、レーザー照射で生成した窒化ジルコニウムを含む導電性皮膜は、600°Cを超える温度で保持すると分解するものと推測される。

以上より、窒素濃度98%雰囲気において、黒色ジルコニア材表面に単線照射で0.5 J/mm²以上、面ハッチング照射で3.0 J/mm²以上のエネルギー密度でレーザーを照射すること

により、ジルコニア表面が少なくとも2000°C以上に昇温されると、雰囲気中の窒素と反応して窒化ジルコニウムを生成し、その後の急冷により常温でも導電性皮膜が残存したものと考える。

5. まとめ

黒色ジルコニア板の表面にレーザーを照射して得られる皮膜について、そのマイクロ観察、元素分析を行うとともに、生成した皮膜の特性として、電気的特性、耐熱性及び耐食性の評価を行った。

黒色ジルコニア板材表面の表面抵抗率は、使用した計測機材では計測不可の大きな抵抗率を示し、電気的にはほぼ絶縁体であったが、改質皮膜の電気抵抗率は10²Ω/sq. オーダーと、一定の電導性を確認した。

レーザー照射部位表面を観察し、レーザー加工部には融解した痕跡が認められ、凝固あるいは冷却過程の熱収縮によると思われる亀裂が確認された。

改質皮膜の生成過程と生成メカニズムは、窒素雰囲気中でレーザーを照射したときにジルコニア表面が2000°Cを超える温度に達すると窒化ジルコニウムの生成反応が生じ、レーザー照射後の急激な非平衡冷却により窒化ジルコニウムを含む皮膜が常温まで残存したと推定された。

改質皮膜の耐環境性に関して、アセトンや食塩水に対する耐食性については優れた特性を有し、耐熱性については、大気中で800°Cを超える温度に対して30分間で皮膜が導電性を失うなどの知見を得た。

本報告により、一定のレーザー照射条件の下でセラミックス素材に導電性を有する改質皮膜を生成できることがわかった。ただし、本実験に供した黒色ジルコニア材は、一般にセラミックス素材としては入手しにくいものであり、今後のより精細な試験の継続やその後の実用化への展開を考えると、より入手し易い一般的なセラミックス素材でも似たような現象が起こるかを確かめる必要がある。今後は、これらの観点から、セラミックス表面にレーザーを照射して得られる改質皮膜の諸特性の定量的な評価を進めると並行して、他のセラミックス素材への展開、改質皮膜の密着性や、追加工の可能性などを探求していく予定である。

謝辞

本報告の実験遂行にあたり、供試材として使用した黒色ジルコニアを提供していただいた国立研究開発法人産業技術総合研究所 中部センターの小林慶三氏及び且井宏和氏に深く謝意を表す。また、本報告で使用した走査型電子顕微鏡及びX線回折装置は、JKA事業の補助を受けて整備されたものである。記して謝意を表す。

参考文献

- 1) 素木洋一；ファインセラミックス製造技術，技報堂出版（1984）
- 2) 公開特許公報 P2007-308338A（特開2007-308338）
- 3) 特許第4054867号（2007.12）
- 4) 戸羽，安田，他；次世代金属製品製作技法に関する基礎研究，平成22年度受託研究報告書（2021.3）
- 5) 高木俊洋，松平康佑；金属光造形複合加工法による成形体の機械的性質に関する研究，平成23年度北海道工業大学機械システム工学会卒業論文概要集，pp.27-28（2022.3）
- 6) 小林秀彦，星野浩邦，他；窒化ジルコニウム焼結体の製作と電極材料への応用，日本セラミクス協会学術論文集，Vol.97 No.10，pp.1189-1194（1989）
- 7) 横川晴美；一般化された科学ポテンシャル図の基礎から応用まで，まてりあ Vol.35 No.10，pp.1133-1139（1996）

ブラシめっき用低温ニッケルめっき液の開発

齋藤 隆之, 坂村 喬史, 櫻庭 洋平

Development of Low Temperature Nickel-plating Solution for Brush Plating

Takayuki SAITOU, Takashi SAKAMURA, Yohei SAKURABA

抄 録

加温による現場補修めっきと同等の電解析出速度を得ることが可能な、ブラシめっき用低温ニッケルめっき液の開発を試みた。一般的なスルファミン酸ニッケル浴に、酢酸ニッケルおよびニッケルの約1/10量のコバルトを添加すると、皮膜が金属状態で析出できる上限の電流密度が増大するとともに同じ電流密度でのめっき析出速度も向上した。このめっき液は、加温しなくともブラシめっき操作において現場で加温して施工するのと同程度の「効率値」が得られた。これから形成された皮膜は、複合サイクル試験21サイクル（168時間）により耐食性が確認され、硬さはビッカース硬度で440HV0.01であり実用上十分と考えられた。

キーワード：ブラシめっき, 低温, ニッケルめっき, 現場補修, コバルト

Abstract

An attempt was made to develop a low temperature nickel-plating solution for brush plating, which is capable of obtaining electrodeposition rate equivalent to that of on-site repair plating by heating. Addition of nickel acetate and about 1/10 amount cobalt for nickel to the general nickel sulfamate bath increased the upper limit current density at which the film can be deposited in a metallic state, and also improved the plating deposition rate at the same current density. With this plating solution, even without heating, the same "efficiency value" was obtained in the brush plating operation as in on-site by heating. The corrosion resistance of the plating film formed by this solution was confirmed by a cycle corrosion test of 21 cycles (168 hours), and the hardness was 440 HV 0.01 in terms of Vickers hardness, which was considered sufficient for practical use.

KEY-WORDS : brash plating, low temperature, Ni-plating, on-site repair, cobalt

1. はじめに

ブラシめっき（別名：筆めっき）は、電気めっき技術を利用した部分めっきのことで、一般的な湿式めっきのようにめっき槽を用いることなく、専用治具、整流器そして処理液のみでめっきすることが可能である¹⁾。アメリカで既に1925年には特許出願・登録されており²⁾、航空宇宙や軍事分野等で利用されてきた。日本では当初、美術工芸の金めっきなどに利用されていたが現在では大型機械などのロール部分の現場補修や電子回路の補修・試作などにも用いられている。

道内でも、大型機械の現場補修にこの技術を既に利用している企業がある。この用途においては、ニッケルめっきにより平坦な部分を現場補修している。しかし実用的なめっき

（析出）速度を得るためには50℃以上のめっき液温度が必要で、加温装置を要し作業が煩雑である。そのため、低温で可能なめっき液が要望されてきた。補修現場の気温すなわち施工物の温度は時に10℃を下回る。本開発では、めっき液を加温せず10℃程度に冷却された施工物に対しても、現行の加温と同等のめっき速度を得ることが可能な、ブラシめっき用低温めっき液の開発を目指した。

2. 槽めっきによる実験・結果及び考察

ブラシめっき操作は通常、めっき液を供給・保持しながら施工物をこするブラシ（陽極）、めっき液の搬送機構、直流電源、加温装置及びめっき液を用いて実施される。めっき液

事業名：経常研究

課題名：現場補修めっき技術の高度化に関する研究（令和2～3年度）

の組成・温度と電流密度のほかにも、ブラシの構造・めっき液の供給速度・施工物の温度など析出状態に影響する要因が槽めっきより多いことから、液組成や電解条件の基礎検討のため、ブラシめっきに先立って槽めっきによる実験を行った。

2.1 ハルセル試験について

めっき槽には、めっき液の状態把握などによく用いられるハルセル (Hull cell) を利用した。この器具を用いためっき試験を、ハルセル試験と呼ぶ (図1)。標準的なハルセルのめっき液量 (指標までのめっき液量) は267mLと定められている。図2の左端の電極が陽極板で、右側の斜めに配置されている電極が陰極板 (めっき析出する側) となる。この構造により陰極板の陽極板に近い側は高電流密度に、遠い側は低電流密度となり、一回の電解で連続的に電流密度が異なるめっき膜が形成できる。ハルセル試験での陰極電流密度の1次分布 (めっき液や電極の種類に無関係に、セルと電極の幾何学形状で決まる分布) の表式として、一般的に以下の式(1)が採用されている³⁾。

$$C.D(A/dm^2) = I(A) \cdot (5.10 - 5.24 \cdot \log[L(cm)]) \quad (1)$$

C.D: 電流密度 I: 総電流

L: 高電流密度側から測った陰極板の距離

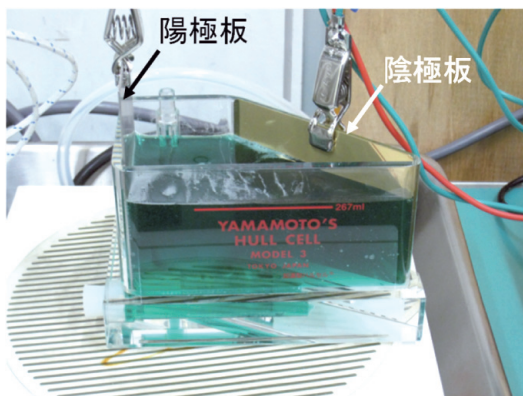


図1 ハルセル試験

なお、図1のハルセルは下部の空洞に電気ヒータを挿入することで、めっき液の温度を昇温できる構造となっている。

2.2 高濃度スルファミン酸Niめっき液によるハルセル試験

ニッケル (Ni) めっき浴は組成の異なる何種類かがあるが、本開発ではスルファミン酸 Ni 浴を用いた。この浴は高電流密度が使用でき、めっき膜の内部応力も少ない⁴⁾ことから、現場補修に適していると判断した。ブラシめっきを現場で既に利用している企業も同浴を用いている。通常の槽を用いるめっきで高濃度とされるスルファミン酸 Ni 浴の組成例を表

表1 スルファミン酸 Ni 浴の組成例 (g/L)

スルファミン酸 Ni	塩化 Ni	ほう酸
600*	15	30

*スルファミン酸ニッケル4水塩 (Ni(NH₂SO₃)₂・4H₂O) としての溶解濃度

1に示す。この組成での Ni 濃度は約112g/Lである。

このめっき浴で、一般的な50℃と室温での電解操作によるめっき皮膜の違いを把握するため、ハルセル試験を行った。めっき液は、スルファミン酸 Ni として日本化学産業(株)製のスルファミン酸 Ni (Ni(NH₂SO₃)₂・4H₂O) 60%溶液を、塩化 Ni とほう酸は関東化学(株)製の試薬特級を用い調製した。実験条件は、陽極板に純 Ni、陰極板に黄銅 (67×100mm)、電流 5 A、電解時間 5 分、めっき液温度は50℃及び室温 (26℃) で、緩やかな攪拌も行った。ここでの室温とは、実験室での加温しないめっき液の初期温度を意味する。

電解後の陰極板の外観を図2に示す。金属光沢を判別するため、白黒の市松模様を反射させている。白線はめっき液面に対応し、黒線はハルセル試験でめっき膜厚の測定や膜の状態観察をすべき評価領域で、試験体の中央よりやや下で幅10mmである。50℃では高電流密度側で曇りはあるが陰極板のすべての領域に金属 Ni が析出し、室温では陰極板の高電流密度側約30mmでは金属ではなく水酸化 Ni と見られる黒色から緑色の物質が析出した。以後、この状態を黒化と表現し、金属と水酸化物の境界に対応するすなわち皮膜が金属状態で析出できる上限である電流密度を上限の電流密度と呼ぶことにする。この境界位置は式(1)より、電流密度 13 A/dm² に対応し、現場で用いられる最大値よりかなり低い。また室温では、初期の液温26℃が5分間で電解による熱のため44℃に上昇し、このままでは現場の温度条件を再現するような、低温条件の実験は困難であることもわかった。今後、室温は“加温なし”と表し、実験時のめっき液の前後の温度も示す。

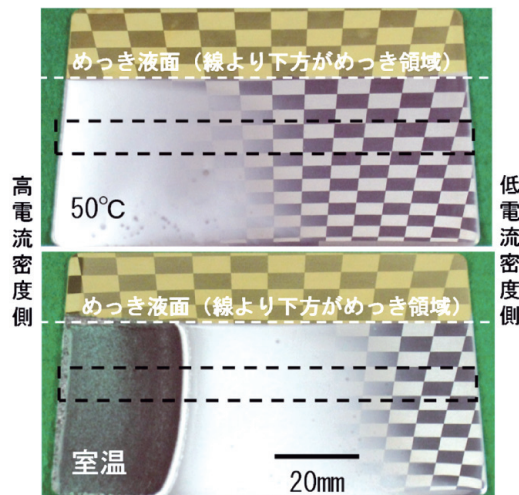


図2 ハルセル試験結果 (上段: 50℃, 下段: 室温)

2.3 ハルセル試験での陽極の選定

陽極による電解結果の違いを調べるため、純 Ni の他、S (硫黄) 含有 Ni とカーボンを用い、加温なしでのハルセル試験を行った。S 含有 Ni は純 Ni より溶解しやすいため、弱酸性のスルファミン酸 Ni 浴では推奨されている。カーボンは不溶性電極として様々な種類のめっきで用いられる。温度

上昇の緩和のためハルセルは水槽に沈め、さらに電流値は1Aとした。その他の条件は、2.2節と同様である。

各種陽極によるハルセル試験結果を表2に示す。また純Ni陽極での電解後の試験体の外観を図3に示す。試験体のすべての領域には金属膜が析出している。他の試験体も外観的にほとんど区別が付かない同様な状態であった。長さ100mmの試験体を評価領域で2cmごとに5分割し、その中央部をA、B、C、D、Eとし、各点めっき膜厚を蛍光X線分析装置で測定した。その結果3種類の陽極に対しA～Eいずれの位置でもめっき膜厚にほとんど差が見られなかった。しかしめっき液のpH変化については純Ni及びカーボンの陽極では低下し、S含有Niでは変化が見られなかった。これは陽極がS含有Niの場合のみ、陽極での反応がNiの溶解のみ生じていると考えたと説明できる。

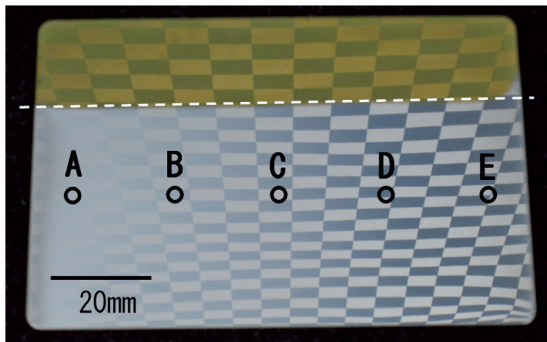
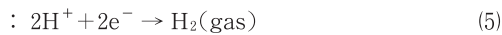


図3 純Ni陽極での電解後の試験体



式(2)～(5)に、このハルセル試験で起こりうる陽極反応と陰極反応を示した。陽極が純Ni及びカーボンの場合、陽極から気体が発生していることから、陽極では式(3)の反応も起こっていると考えられ、水素イオン濃度が上昇しpHが低下する要因となる。一方、S含有Niでは陽極からの気体の発生は認められず、Niの溶解である式(2)が単独で進行していると考えられ、水素イオン濃度を上昇させずpHを低下させる要因はない。さらにいずれの場合の陰極（基材）でもNiが析出しており、式(5)のような気体(H₂)の発生もないことから式(4)がほぼ単独で進行しており、水素イオン濃度は変化せずpH変化の要因にならない。全体として、陽極がS含有Niの場合のみpHは変化せず、他の2種類の陽極ではpHは低

下する。

NiめっきではpHが2より低くなると、陰極での式(5)水素発生がNiの析出より著しく優勢になり、電流効率（電解に要した全電気量のうち、めっき析出に使用された電気量の割合）が格段に低下するため、陽極としてpHの低下が認められなかったS含有Niを利用することとした。

2.4 ハルセル試験法の改良と低温めっき液組成の探索

電流効率が100%であれば上限の電流密度は高い方が、皮膜の析出速度が高められる。実際の電解反応では2.3節でも示したよう必ずしも100%にならない。本開発の具体的な目標は、現状の現場補修で用いている最大値とほぼ同じ25A/dm²程度で、低温でも現行と同等な施工時間（すなわち電流効率）を実現することとした。以降の実験において高電流でのハルセル試験でも温度上昇を防ぐため、試験方法の改良を行った。改良したハルセル試験の状況を図4に示す。

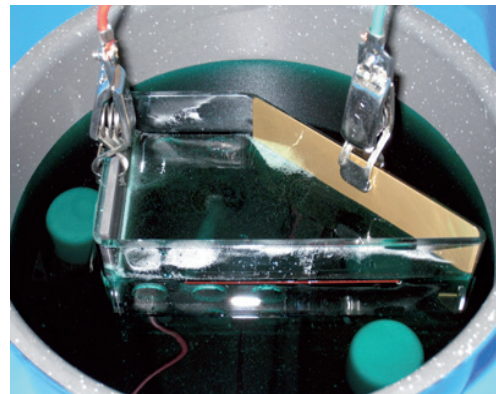


図4 改良したハルセル試験

大容量のめっき液が入る金属製容器に、ハルセルに穴開けをして沈めることで熱が発生しても温度上昇が緩和されるようにした。なお、穴あきハルセルは市販品も存在する。本来のハルセルの指標までのめっき液を入れると容量は1.11Lだった。めっき液の液面下となる手前の面に6個、奥の面に4個の穴開けを行っている。電極とセルの形状から電流が蛇行することはなく1次電流分布は変化しないと考えられる。さらに金属容器ごと冷水を入れた10L水槽に沈めることで、高電流(5A)でも初期からの温度上昇を5minで7℃以内に抑えることができた。電流値が5Aの条件では、S含有Niでも5分1回の電解でわずかにpHが低下することが明らかになった。詳細については2.5節に示す。

表2 各種陽極によるハルセル試験結果

陽極	めっき液の温度変化(°C)	めっき液のpH変化	電極からの気体の発生	陰極の各位置のめっき膜厚(μm)				
				A	B	C	D	E
純Ni	21.5→25.0	4.0→3.4	陽極から	5.3	2.8	1.7	0.85	0.29
S含有Ni	26.5→27.0	4.0→4.0	発生なし	5.0	2.7	1.7	0.85	0.30
カーボン	23.5→25.0	4.0→3.4	陽極から	5.3	2.8	1.7	0.89	0.28

※共通条件：めっき液量：267mL、陰極（基材）：黄銅、電流：1A、電解時間：5min、200rpmで攪拌

めっき組成について表1から3成分とも変更を行った。めっき析出速度向上のため、Ni濃度を112g/Lから136g/Lに高め、塩化Niは電極溶解を促進するとされているが形成皮膜の応力を高めるため添加を止め、ほう酸濃度を10g/Lとした。この組成をめっき液STDと表記する。

また新たな組成の改良として、酢酸Niを添加した。これはNiめっきのpH緩衝材として知られており、高電流で顕在化したpH低下を緩和する目的である。酢酸Niは関東化学製の特級試薬を14g/L溶解し、増えたNi相当量のスルファミン酸Niを減じ、Ni量は136g/Lで変化しないように調整した。これをめっき液ACTと表記する。

さらに溶液組成の析出速度向上のための重要な改良としてコバルト(Co)の添加も行った。これは別の目的であった硬さと耐食性の改善を図るため、NiとCoの合金化を意図して実施した他の実験の知見である。結果的に硬さと耐食性の改善は認められなかったが、少量のCo添加でめっき膜の析出速度が著しく向上することが判明した。

Co添加には昭和化学(株)製のスルファミン酸 $\text{Co}(\text{Co}(\text{NH}_2\text{SO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$ 60%溶液を用いた。スルファミン酸Ni 60%と同比率(1.20倍)に希釈し容量にして1/10加えた。こうすることで、正味の金属濃度^{*}を変化させずにめっき液中にNiの1/10の絶対量のCoを添加することができる。STDおよびACTめっき液にCo添加しためっき液を、もとのめっき液それぞれの記号に“+Co(1/10)”を続けて表記する。

^{*}原子量がNi(58.69)とCo(58.93)はほとんど同じであるため、質量濃度またモル濃度のいずれにおいても変化しない。

2.5 改良ハルセル試験と新規めっき液での結果と考察

これら4種類のめっき液での改良したハルセル試験結果を表3に示す。また試験片の外観を図5に示す。めっき膜の応力で試験片が歪んだため、反射した市松模様も歪んでいる。領域に差があるがすべての試験片で高電流密度(左)側に黒化が生じた。表3のめっき膜厚についてはSTDにおいては黒化した領域を避け、金属が析出したAとBの中点のABを含め右側5点で測定を行った(図3参照)。他の試験体も、AB点を測定に加えた。表3には、試験体左側の黒化した領域と金属析出領域の境界から式(1)で算出した上限の電流密度(A/dm²)も示している。これらの結果から以下のことがわかる。

- 1) めっき液STDに対し、ACTでは上限の電流密度が28(A/dm²)まで増大するとともにpHの低下も緩和される。ただし、いずれのめっき液でも上限の電流密度に至る前にめっき膜厚はBからAにかけてほとんど増加しなくなる。すなわち、いずれの液も金属が析出する条件でも電流効率は高電流密度では低下してくる。
- 2) 2液にそれぞれCoを1/10添加すると、上限の電流密度は大きく増大するとともに上限付近までめっき膜厚は単調に増化する。また高電流密度の領域で、Co添加により同じ電流密度でもめっき析出速度($\mu\text{m}/\text{min}$)が向上する。
- 3) めっき液STD+Co(1/10)とACT+Co(1/10)を比較すると、電解によるpHの低下の数値に差は認められない。

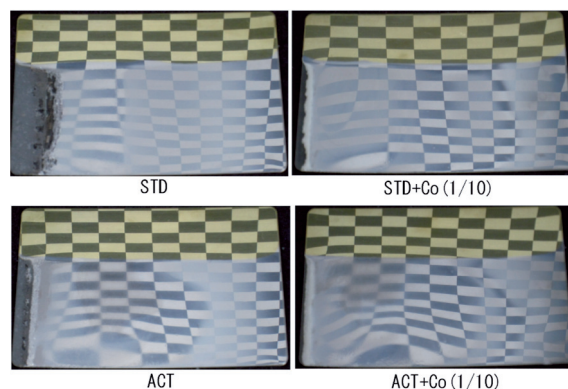


図5 4種類のめっき液によるハルセル試験結果

3) についてはめっき液に含まれる総金属量に対し、試験体に析出した金属量が少ないため差が生じにくかったと考えられた。そこでめっき液量を少量に戻した図1のセルを用い、他の条件は変えずに電解を実施した結果、pHの低下はめっき液STD+Co(1/10)の2.7に対してACT+Co(1/10)は1.5となり明らかに後者が小さくなった。

酢酸Niを添加しためっき液については、電解により陽極から酢酸が発生することも判明した。実用上で施工現場での腐食要因になる可能性が考えられたが、この開発の中では課題とはしなかった。

めっき液の組成についてハルセル試験により基礎検討を行った結果、加温無しで①上限の電流密度が大きい、②めっき析出速度が早い、③pHの低下が少ないという観点で、めっき液ACT+Co(1/10)をブラシめっき用低温めっき液の候補と決定した。

表3 4種類のめっき液によるハルセル試験結果

めっき液	めっき液の温度変化(°C)	めっき液のpH変化(差)	陰極の各位置のめっき膜厚(μm)					上限の電流密度(A/dm ²)	
			A	AB	B	C	D		E
STD	17.3→24.2	4.8→4.4(0.4)	黒化	9.2	9.4	8.7	4.8	1.2	18
ACT	20.0→24.0	5.0→4.9(0.1)	12.9	13.4	11.8	7.8	4.6	1.2	28
STD+Co(1/10)	22.0→26.6	5.1→4.7(0.4)	35.0	17.1	15.3	9.1	4.8	1.3	39
ACT+Co(1/10)	21.5→25.2	5.2→4.8(0.4)	27.4	18.0	13.3	8.4	4.8	1.4	45

※共通条件:めっき液量:1.11L, 陽極:S含有Ni, 陰極(基材):黄銅, 電流:5A, 電解時間:5min, 200rpmで攪拌

3. ブラシめっきによる実験・結果及び考察

3.1 現場でのブラシめっきとブラシめっき効率値

図6に現場でのブラシめっき操作を示した。約15×6 cm程度の直方体のブラシで大面積の補修品を擦りながらめっき操作を行う。なお画像は、企業のノウハウに関わるため修正を行っている。低温めっき液の開発にあたり、現場でめっきを施す効率と実験室での効率を定量的に比較する必要がある。そこで式(6)によりブラシめっき「効率値」**K**を定義する。

$$K = (\text{施工面積} / \text{ブラシ陽極面積}) \times \text{めっき速度} (\mu\text{m}/\text{min}) \quad (6)$$

現場での代表的な**K**の値はブラシ面積：90 cm²、施工面積：3200 cm²、施工すべき膜厚：10 μmと施工時間：60minから式(6)により5.93となる。電流密度を変更せず大きなブラシにスケールアップしたとき、実験での**K**の値が5.93より小さければ施工時間が現行より遅くなり、実験での**K**がこれ以上であれば比例して速い現場施工ができる、という指標となる。

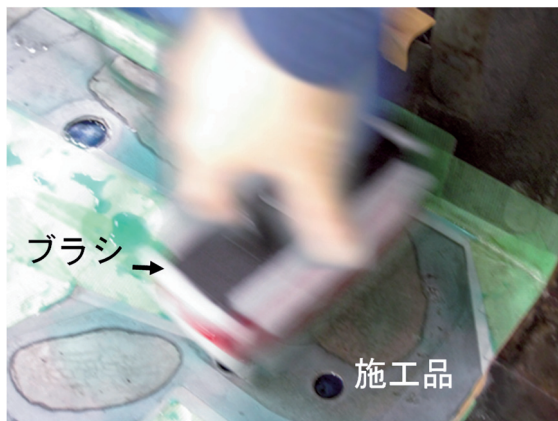


図6 現場でのブラシめっき操作

3.2 ブラシめっき実験方法

実験室で小規模のブラシめっきを行うため何種類かのブラシを試作した。図6の現場で使われているブラシをそのまま小さくした直方体型のブラシも試作したが、ペン型ブラシの方が黒化しにくく安定的なめっき皮膜形成が容易であったことから、このブラシを評価用の試験体作製に用いた。電極部はS含有Niを長方形の小片（電極面積：3.92 cm²）に切断したうえで穴開けし、純Niの軸（φ10×105mm）に垂直に取り付けた。電極面積には軸（φ10mm）の面積も含んでいる。ブラシめっきを行った装置構成とブラシを図7に示す。

ビーカーの中のめっき液が、ポンプでブラシに供給され基材に注がれ、表面を流れた液は下のバットで受けられる。陰極（基材）はハルセル試験と同じ黄銅（67×100mm）を用い、露出面積が50×100mmになるよう一部をテープによりマスキングした。基材を現場と同じ低温に保つため、バットの下の水槽に氷を入れ、さらにアルミブロックをバット上に

置き、その上に基材を置いて下から冷却されるようにした。20℃程度の室温でこのような構成にすると基材表面は常に約10℃となった。またブラシの操作方法は図8のような軌跡での素早い往復運動とした。図では右方向の動きのみを示しているが、端から端までを3秒程度で擦り、電解中はブラシを止めず、左右の往復を繰り返した。ブラシめっき実験は、表3のめっき液ACT+Co(1/10)で加温なしにより0.75, 1.00, 1.25, 1.50Aの4段階の電流で実施した。それとともに比較のため、STDでめっき液温度を加温なし及びめっき液の入ったビーカーを恒温槽に入れ52℃に加温してブラシめっきを行った。すべてのブラシめっき操作で電解時間は5minで、めっき液の供給速度は29mL/minとした。

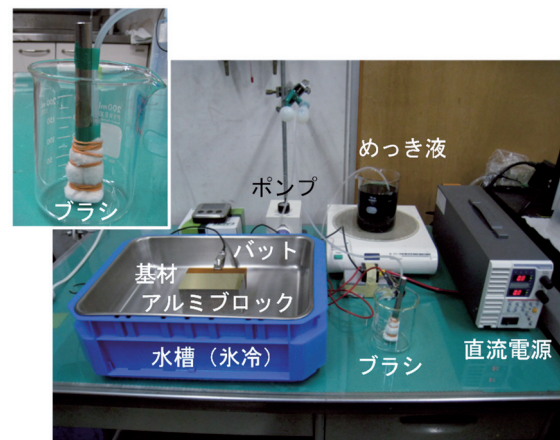


図7 ブラシめっきの装置構成とブラシ

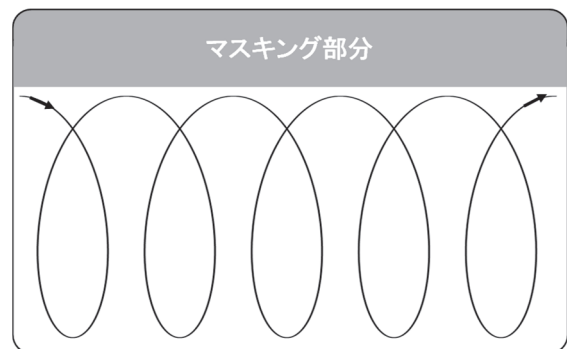


図8 試験体へのめっき時のブラシ操作方法

3.3 ブラシめっき実験結果

STDめっき液の加温なしでのブラシめっきの結果を図9に示す。上は、電流値1.00A（電流密度：25.5 A/dm²）で下は0.75A（電流密度：19.1 A/dm²）のめっき後の状態である。電流値1.00Aではかなり黒化が生じたが、0.75Aではこの現象は生じなかった。前者はこのめっき液の室温付近の上限の電流密度を超えていたため黒化が生じたと考えられる。ただ上限を超えないような電流条件でも、ブラシを操作中に傾けるか止めると黒化しやすかった。これはブラシの接触面積が低下し一部に電流が集中することで、短時間だが上限を

超えるためと考えられる。この現象は直方体型のブラシでは、ペン型より生じやすかった。めっき液STDでの52℃への加温及びACT+Co(1/10)でのいずれの結果も、図9の0.75Aでの結果と外観的にはほとんど同様な状態であった。ただしACT+Co(1/10)での最大電流値1.50Aの条件は電流密度では38.3A/dm²となり表3からこのめっき液の上限の電流密度に近く、ごく一部に黒化が生じた。各条件でのめっき膜厚、

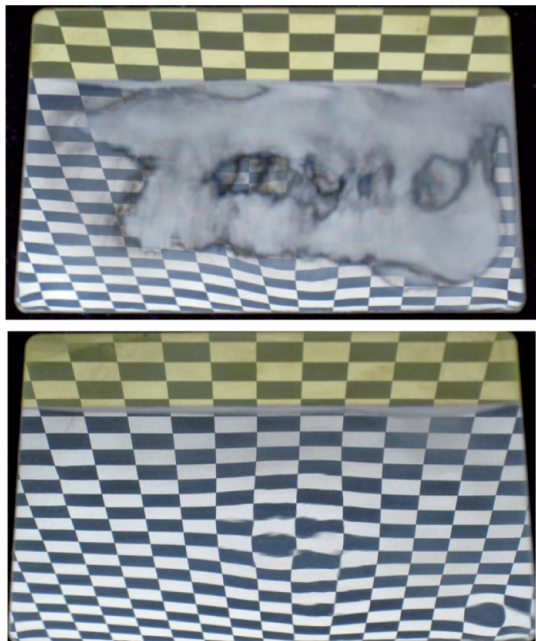


図9 STDめっき液の加温なしでのブラシめっき結果
 上段：電流 1.00A (25.5A/dm²)
 下段：電流 0.75A (19.1A/dm²)

表4 各めっき液と条件での膜厚とブラシめっき効率値

めっき液	電流密度・液温 (A/dm ²)・(°C)	膜厚 (μm)	ブラシめっき 効率値	Ni (%)
STD	25.5・18	0.22	0.56	100
STD	19.1・18	0.35	0.90	100
STD	25.5・52	1.08	2.76	100
ACT+Co(1/10)	19.1・21	1.54	3.93	34.0
ACT+Co(1/10)	25.5・21	1.96	4.99	37.6
ACT+Co(1/10)	31.9・21	2.14	5.46	44.7
ACT+Co(1/10)	38.3・21	2.55	6.52	43.5

※共通条件：電解時間：5min、めっき液供給速度：29mL/min

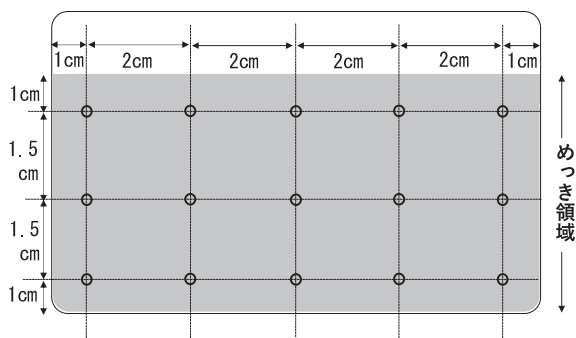


図10 ブラシめっき試験体の膜厚測定位置

式(6)から算出されるブラシめっき効率値及び蛍光X線分析で得られる皮膜中のNi含有率などを表4に示す。電流値はブラシの面積を用いて電流密度に換算している。なお、めっき膜厚は各所でばらつきがあるため、図10のような格子で区切った15点で測定し平均値とした。

3.4 ブラシめっき実験結果の考察

現場でのめっき液とほぼ同様な組成であるSTDでのブラシめっきでは、現場と同程度の電流密度25.5 A/dm²、めっき液温度52℃での加温条件でもブラシめっき効率値は2.76で、現場5.93の半分程度だった。これはめっき液組成の若干の違い、ブラシの構造とともに基材側が実験では黄銅であるが、実際の施工品はクロムモリブデン鋼であることなどが影響していると考えられる。さらに加温なしでは同じ電流密度でもこの効率値は大幅に低下し0.56であった。このめっき液を加温なしで10℃程度の施工品に利用すると、現場の10倍程度の時間を要すると推定され、実用的ではない。加温なしでは電流密度を少し低下させると、黒化しないためむしろ膜厚はやや増大した。

ACT+Co(1/10)めっき液では、加温しなくともSTDより大幅にブラシめっき効率値は向上した。電流密度が31.9 A/dm²で現場の効率値とほぼ同程度の5.46となり、38.3 A/dm²では6.52で現場を上回った。しかし直前の実験方法と結果で示したように、上限に近い高電流密度ではブラシの操作を少しでも傾ける、又は止めると黒化が生じやすくなるため、32 A/dm²程度にとどめるべきだろう。この電流密度でも加温せずに現場と同等のブラシめっき効率値が得られるため、皮膜の性能が確認できれば十分実用可能と考えられる。本開発では、このめっき液をブラシめっき用低温めっきの有力な候補として、次に述べる耐食性と硬さの評価を行った。

ACT+Co(1/10)めっき液では、電流密度の上昇とともに皮膜中のNiの含有率が高くなったが、32 A/dm²を超えるとNiは44%程度で飽和するとみられる。めっき液中のCoの量はNiの約1/10であるにもかかわらず、皮膜の組成はCoが50%以上であるため、使用時間とともにめっき液からはほぼ一方的にCo濃度が減少していくことになる。そのため、めっき操作時間による金属補給はCoのみの追加で済む可能性がある。これは実用上で有利な点と思われ、今後さらに検証したい。

4. ブラシめっきによるめっき皮膜の耐食性と硬さ

4.1 耐食性評価と結果

耐食性評価の試験体は、ACTめっき液1Lあたりにスルファミン酸Co溶液原液を100 mL加えためっき液によりブラシめっき操作を行った。これは3.2節で示したACT+Co(1/10)よりも少しCoの添加率が大きい。ブラシとブラシの

操作方法は3.2節と同様である。電流は1.2A(31.9 A/dm²)とし10分間のブラシめっき操作を行った。このときのめっき膜厚は3.7 μ mでNi含有率は41%だった。この試験体を何も施していない黄銅基材とともに、複合サイクル試験の21サイクル(168時間)に供した。めっき試験体についてはめっき皮膜以外の箇所をテープでマスキングした。試験の1サイクルの詳細条件は以下のとおりである。

中性塩水噴霧(35°C, 2 H)－乾燥(60°C, 4 H)－湿潤(50°C, 100%RH, 2 H)

試験前後の各試験体の状態を図11に示す。試験後に黄銅基材は激しく腐食し、触知出来る程度の凹凸が表面に確認された。ブラシめっき試験体は表面に褐色や白色の変色が発生しているが、触知できる程度の凹凸は発生せず基材自体は保護されていた。

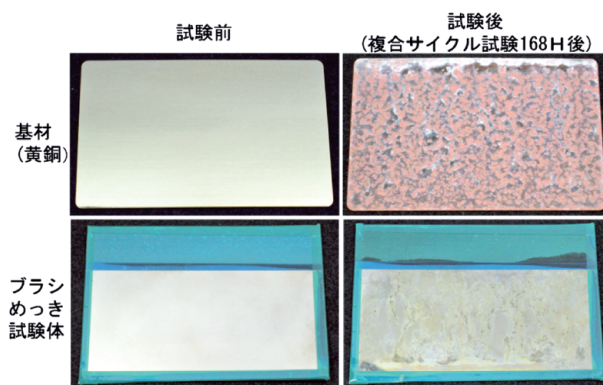


図 11 複合サイクル試験前後の基材とブラシめっき試験体

4.2 硬さの評価と結果

硬さはピッカース硬度計により荷重10gfで測定した。試験体は、皮膜が薄いと真の硬さが得られないので、ブラシめっき操作を20分間行った。他の電解条件は、耐食性試験の試験体と同様である。このとき皮膜の厚さは6.8 μ mとなった。試験体の30箇所を測定した値の平均値は440HV0.01であった。

4.3 めっき皮膜の耐食性と硬さの考察

開発で目指すめっき液による皮膜は装飾用途ではないため、腐食から基材が保護できれば表面の変色はそれほど問題とはならず、耐食性試験の結果から実用化に支障は無いと思われる。さらに高温耐食性も確認できれば現場でのブラシめっきに利用可能と考えられた。

硬さについて考察する。現場での実際の施工品はクロムモリブデン鋼で熱処理されていないため、一般的な硬さは約250HVとされており、めっき速度が速いCo含有皮膜でそれを上回る硬さを得ることができた。Ni単体の皮膜についても、ACTめっき液によりブラシめっきで5 μ 以上形成し硬さを測定した結果、約500HV0.01でCo合金皮膜よりむしろ

ろや高い値を示した。しかしCo含有皮膜の硬さ440HV0.01でも、実用上十分と考えられた。

5. 結論と展望

本開発では、加温による現場補修めっきと同等の電解析出速度を得ることが可能な、ブラシめっき用ニッケル低温めっき液の開発を目指し、以下の結果を得た。

- 1) 一般的なスルファミン酸Ni浴に酢酸ニッケルを添加した浴は、皮膜が金属状態で析出できる上限の電流密度が28 A/dm²まで増大するとともにpHの低下も緩和された。
- 2) それぞれ液にNiに対し絶対量で約1/10のCoをスルファミン酸Coとして添加すると、さらに上限の電流密度が増大するとともに、無添加と比較し同じ電流密度でもめっき析出速度(μ m/min)も向上した。
- 3) 現場でブラシめっきを施す効率と実験室での効率を定量的に比較するため、ブラシめっき「効率値」Kを定義し、この現場での代表的な値に対し、酢酸NiとCoを添加しためっき液では、加温しなくともブラシめっき操作において同程度の値が得られた。
- 4) このめっき液中のCoの量はNiの1/10であるにもかかわらず、形成される皮膜の組成はCoが50%以上であるため、使用時間とともにめっき液からはほぼ一方的にCo濃度が減少することから、めっき操作時間による金属補給はCoのみの追加で済む可能性がある。
- 5) このめっき液で形成された皮膜は、複合サイクル試験21サイクル(168時間)により耐食性が確認され、硬さはピッカース硬度で440HV0.01であり実用上十分と考えられた。

通常のスルファミン酸Ni浴を改良したいずれの浴も、槽めっきも含めて低温での工業的利用の可能性はある。酢酸NiとCoの添加浴を中心にブラシめっきへの実用化のため、高温での耐食性などを含め課題と利点についてさらに検証する予定である。

参考文献

- 1) 小岩仁子；表面技術，Vol.67，No.4，p.206(2016)
- 2) F. Conlin；US Patent No.1545942(1925)
- 3) 小岩仁子，山本 渡；表面技術，Vol.63，No.8，p.490(2012)
- 4) 関東学院大学 材料表面工学研究所；めっき大全，日刊工業新聞社，p.195(2017)

ユーザー中心設計のための試作活用技術に関する研究

印南 小冬, 万城目 聡, 安田 星季, 大久保 京子, 高木 友史

Study on Prototype Utilization for User-Centered Design

Kofuyu INNAMI, Akira MANJOME, Seiki YASUDA,
Kyouko OOKUBO, Tomohito TAKAGI

抄 録

デザイナーが製品開発に関与したことがない中小製造業では、製品開発における「試作」は設計が出来上がったから機能を確認するためのものというイメージが強く、開発の初期段階から簡単な試作を使ってユーザーの声を取り入れながら進める方法があまり知られていない。これはプロダクトデザイナー以外では開発初期段階の試作について学ぶ機会がほとんどないことが原因と考えられる。

本研究では道内製造業における試作活用の状況調査や、試作を用いた製品開発ケーススタディ、また「つくりながら考えるデザインセミナー」の実施を通じて得られた知見を整理し、開発初期段階で試作を使ってユーザー視点から開発製品を検証する必要性・有効性の解説と、そのための具体的な試作例の紹介を掲載したWEB型の製品試作ガイドを作成した。

キーワード：製品開発, 試作, 簡易試作, ユーザー中心設計

Abstract

Small and medium-sized manufacturers, where product designers have never been involved in product development, have a strong image that "prototyping" in product development is for checking functions after the design is completed, and they are not familiar with the method of using simple prototypes to incorporate user feedback. This may be due to the fact that there are few opportunities for people other than product designers to learn about prototyping of the early stages of development.

In this research, we summarized the findings obtained through a survey on the use of prototypes in the manufacturing industry in Hokkaido, case studies of product development using prototypes, and the "Design Seminar for Thinking While Making". We created a web-based product prototyping guide that explains the necessity and effectiveness of using prototypes to verify the development products from user perspective in the early stages of development, as well as specific examples of prototypes for this purpose.

KEY-WORDS : Product development, Prototyping, Simple prototype, User-Centered Design

1. はじめに

ユーザーを中心に考えた製品開発を行うためには、開発製品を開発者視点だけではなくユーザーの視点から検証する必要があるが、製品開発にデザイナーが関与したことがない中小製造業などでは、ユーザー視点を取り入れるための具体的な開発手法があまり知られていないという課題がある。

製品開発にユーザーの視点を取り入れる方法のひとつに

「人間中心設計」の考え方がある。人間中心設計とは図1で示すように、想定される製品の利用状況やユーザーの要求事項を明確にしたのち、解決案の作成と評価を行い、これを反復することで、よりユーザーにとって魅力的な製品へ近づける設計プロセスである。

事業名：経常研究

課題名：ユーザー中心設計のための試作活用技術に関する研究

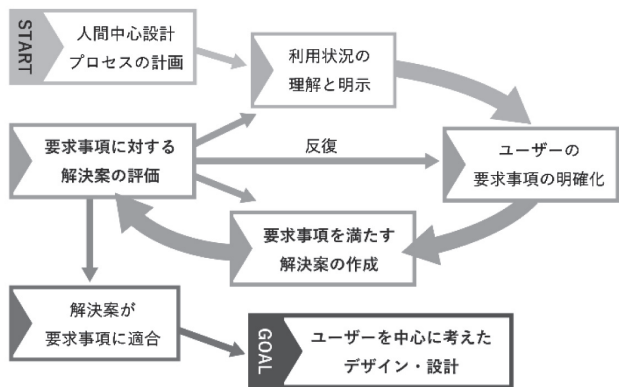


図1 人間中心設計プロセス図 (ISO9241-210 より)

この際、作成された解決案をユーザーが評価するためには、案を説明文や図、試作等の形に出力することが必要となるが、中でも試作は伝えられる情報量が多いため、ユーザーが製品コンセプトを理解しやすく、より具体的な検証ができると考えられる。解決案の出力方法による情報量の差の概念を図2に示す。

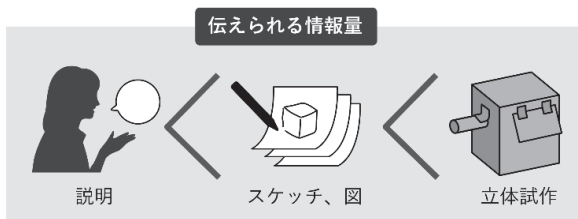


図2 製品アイデアの出力方法による情報量の差

試作を用いたユーザー視点の検証は開発の初期段階から行う必要があるが、中小製造業の自社製品開発においては開発初期段階の試作があまり行われず、試作を「機能試作」や「設計図ができてから行うもの」と考える例が多く見られ、開発初期段階に行うアイデアスケッチや簡易試作等の試作のイメージが持たれにくい問題がある(図3)。

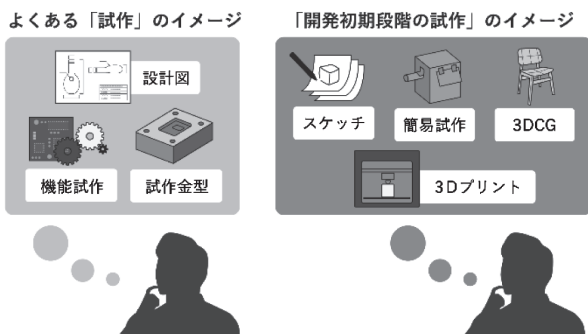


図3 試作イメージの差

製品開発の初期段階で、ユーザーにとって ①製品が魅力的かどうか(企画品質)と ②製品の使い方がわかりやすく、また使いやすいかどうか(使用品質)を検討すべきであり、

この時にユーザー視点からの検証を行わない場合、ユーザー視点の欠けたものづくりにつながってしまう可能性が高まる。図3で示したよくある「試作」のイメージ中の機能試作は、主に開発の下流段階で③企画が実現できているか(設計品質)や④設計通りに製造できているか(量産品質)を検証するものであり、それらの検証は企画品質や使用品質の検証が済んでいることが前提となる(図4)。

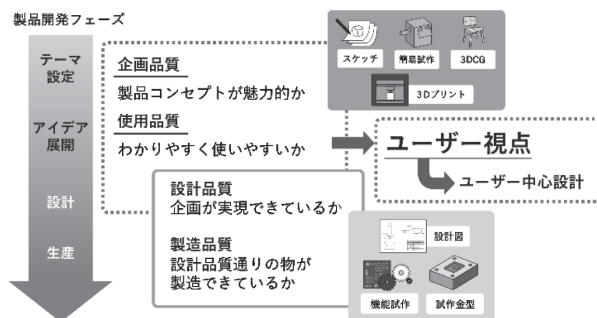


図4 製品開発の流れと各段階で検証する品質

本研究では、「開発初期段階の試作」の必要性や試作事例などの情報が普及していないことがユーザー視点を取り入れた製品開発の課題であると考え、中小製造業の製品開発担当者がユーザー視点を取り込んだ製品開発(ユーザー中心設計)に取り組むことを支援するため、道内製造業の試作状況の実態調査及びケーススタディに基づいて、開発初期に試作を用いてユーザー視点を検証する試作ガイドを作成した。

2. 試作状況の実態調査

試作ガイドの作成にあたり、道内製造業における試作活用の現状について、過去の当場への製品デザインに関する相談事例を調査するとともに、自社製品を開発している企業6社に対してヒアリングを行った。その結果、開発上流段階に試作を用いてユーザー視点を取り込むという手法が、開発にデザイナーが関わったことがある企業においてのみ行われていることがわかった(図5)。

	A社	B社	C社	D社	E社	F社
デザイナー	○	○	○	×	×	×
上流段階の試作	○	○	○	×	×	×
下流段階の試作	○	○	○	○	○	○

図5 ヒアリング調査結果

開発上流段階の検討に用いられる主な試作手法を図6に示す。スケッチ等でアイデアを共有するには一定の描画技術が必要であり、3DCGや3Dプリンタによる試作は3Dモデル

制作の技術が必要となる。それらの技術はデザインを学んでいないと習得できる機会が少ないため、開発上流段階の試作の有無とデザイナーの関与の有無に密接な関係があると考えられる。ただし開発上流段階の検討に用いられる試作のうち、開発初期に行う簡易試作は紙やダンボールなどの入手が容易な素材で作ることができ、作成に高度な技術を必要としないため、デザイナーでなくとも作成可能であると考えられる。



図6 開発上流段階の試作の比較

そこで、開発初期に簡易試作を用いた場合と用いなかった場合の比較と、デザイナーが関与しない簡易試作を用いたユーザー視点の検証について、ケーススタディで確認をすることとした。

3. ケーススタディ

3.1 試作を用いた製品開発ケーススタディ

これまで製品開発にデザイナーの関与がなく、またユーザー中心設計の実践経験のない企業を対象に、実際の製品開発の初期段階において簡易試作を用いて企画・使用品質を検証し、従来の開発と比較するケーススタディを行った。

まず企画品質について、従来は企画書・図面などで製品企画の検討を行っていたが、開発チーム内でイメージが共有しにくく、製品コンセプトや外観のイメージなどが検証しづらいという課題があった。これに対し、ケーススタディにおいて簡易試作を用いたところ、企画書や図面では伝わらなかった製品のコンセプトやボリューム感の検討ができるようになった。外観のカラーリングやパーツ構成の検討については3DCGを用いる必要があったが、3DCGのみでは製品の立体的な構成や使用方法等に関する情報量が不十分であったため、開発チーム内の意思疎通が難しい場面があった。そこで3D

CGと併せて1/1サイズの簡易試作を用いた検討を行ったところ、製品アイデアの共有が円滑になり、ユーザーの具体的な要望を引き出すことができた(図7)。

企画品質の検証

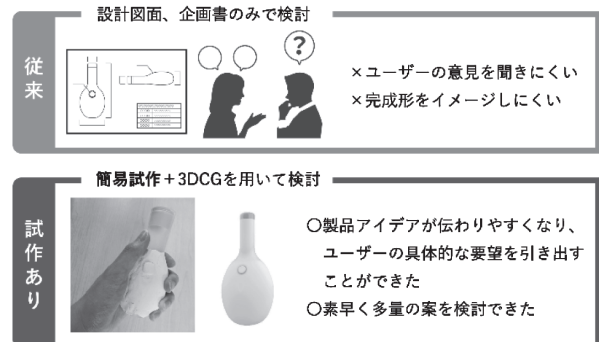


図7 企画品質の検証方法の比較

次に使用品質について、従来は主に設計者の経験と想像で計画され、設計図面等で検討したものを実働試作に落とし込み、確認するという工程がとられていたが、その場合使用品質の問題が、実働試作又は製品の販売後に明らかになるという課題があった。これに対し、ケーススタディにおいて簡易試作を用いたところ、従来の開発と比較してより多くの案をユーザーの視点から検証できたことで、ユーザーにとって魅力的かつ製造者も作りやすい製品アイデアにつながった。また、詳細設計に入る前に簡易試作でユーザーの不満点を抽出しておくことで、開発後期の手戻りを減らすことができるというメリットも確認できた(図8)。

使用品質の検証

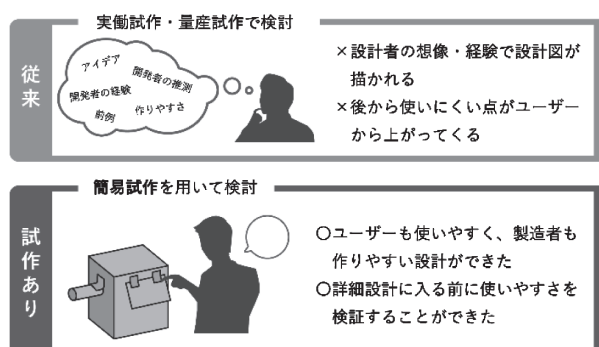


図8 使用品質の検証方法の比較

さらに、簡易試作によってユーザーとの関係を実際にシミュレーションすることができ、ユーザーが使用品質に関する具体的な意見を述べやすくなる効果があった。また簡易な試作であるため、ユーザーにインタビューしながら試作をその場で修正していくことができ、迅速なブラッシュアップを行えるメリットもあった。

3.2 「つくりながら考える製品デザインセミナー」

当該主催のデザイン開発力向上講座「つくりながら考える製品デザインセミナー」において、自社製品開発を行っている企業4社6名の方に、アイデアを検証するための簡易試作を作成してもらう体験ワークを行った（参加者のうち4名は簡易試作を用いた開発の経験なし）。

体験ワークの流れを図9に示す。まず開発テーマとターゲットユーザー像を提示し、次にアイデア出しのためのリサーチワークとして、ユーザーの一日の生活をフォトダイアリーの形で用意し、参加者にはこの情報を元に製品アイデアを作成し、簡易試作を行ってグループで共有することを繰り返してもらった。個人ワークとグループワークを交互に行うことで、第1章の図1で示した人間中心設計プロセスを簡略化した形を1回以上反復させることを目指した体験ワークとした。

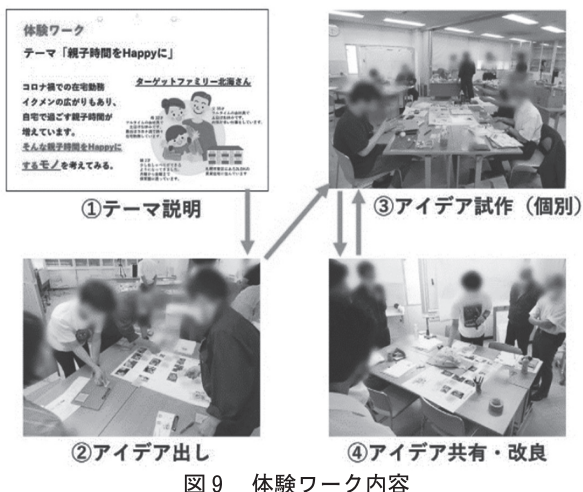


図9 体験ワーク内容

簡易試作用の材料はセミナー会場内部に自由に使用できるように配置し（図10）、簡易試作のサンプルを同会場に展示した。体験ワーク内では材料として、加工が容易な紙や紙粘土、フェルト、ストローなどが多く使われていた。また、ピンポン玉やお菓子の空容器等を使う例も見られた（図11）。簡易試作の素早く簡単に作れるというメリットを活かすため、加工にはのりやボンドなど接着に時間がかかるものは使用せず、テープ等で接着するようにセミナー事務局側が促す場面があった。簡易試作においてはより素早く製品アイデアを実



図10 簡易試作用材料



図11 参加者による簡易試作

体化することが大切であり、試作の見た目の綺麗さは重要ではないということが、簡易試作未経験者にとって即座に理解しにくい点であるという知見が得られた。

ワーク内では、作成された簡易試作を用いてアイデアの共有が円滑に進み、グループ内で試作同士を組み合わせるなどアイデアのブラッシュアップも活発に行われた。一方で、参加企業から「自社の開発製品に近い簡易試作例が知りたい」等の意見があった。

本セミナーは上記の体験ワーク以降は、参加企業それぞれの自社製品開発テーマについて、7か月間試作を繰り返しながら進められた。セミナー終了後、参加者に対して「試作活用の効果」についてアンケートで調査したところ、「意外な気づきやアイデアが得られた」「検討すべき課題に気づくことができた」などの回答が得られた。これは試作によりアイデアが実体化されることでアイデア発案者以外の視点が入りやすくなり、より多くの視点からアイデアを取り入れることができていると考えられる。また、試作が思考整理にも役立つこと、アイデアをこまめに実体化することで開発に達成感がプラスされ、開発担当者のモチベーションアップの効果も期待できるということがわかった（図12）。

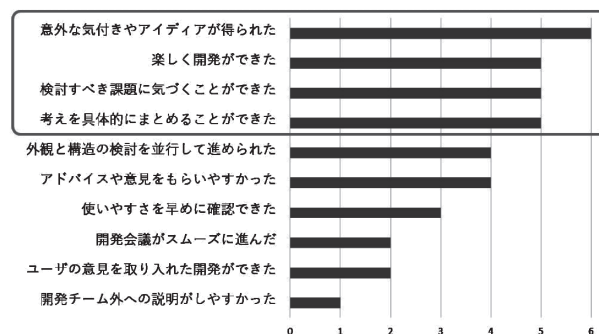


図12 参加者6名へのアンケート結果

以上2つのケーススタディにより、開発初期段階の試作のうち簡易試作は作成に特別な技術を必要とせず導入がしやすいものであること、簡易試作でユーザー視点の検証が可能であることが確認できた。また、試作を行うことで新たな気づきを得られること、開発モチベーションの向上につながる効果もあることがわかった。以上のことから、製品開発では簡易試作を積極的に導入することが有効と考える。

4. ユーザー中心設計のための試作ガイドの作成

調査とケーススタディから得られた知見を整理し、試作ガイドの内容構成を①開発初期段階で試作を使ってユーザー視点を検証する必要性・有効性についての解説、②ユーザー視点を検証するための具体的な試作例紹介の2つに分類した。また、試作例を随時追加できるようにガイドはWEBサイトの形式でまとめた(図13)。

解説部分は「試作の幅を広げよう」(トップページ)、「製品開発の流れと試作の段階」、「試作のタイミングと効果」、「人間中心設計プロセス」の順に掲載するページ構成としている。これは、①開発初期に試作を行うことの有効性、②開発初期段階における試作の狙い、③ユーザー視目の検証方法、について段階的に学べるものとするためである(図14)。

具体的な試作例を随時追加する部分は、コンテンツの閲覧性や更新・管理のしやすさを考慮し、ブログ形式とした(図15)。簡易試作には様々な種類や検証方法があるため、多くの試作例を参照できるページを作成することで、開発担当者が自身の案件に参考にできる試作例を見つけることができる事例集を目指している。各事例は作成方法などでタグ分けし、検索性の向上を図った。今後も様々な製品開発における具体的な試作例を追加していく予定である。

5. まとめ

本研究では、まずデザイナーの関与の有無が中小製造業の製品開発初期における試作活用の有無につながっていることを調査により確認した。次に、開発初期に簡易試作を用いてユーザー視点を取り入れることの具体的な効果をケーススタディにより確認した。最後に、調査とケーススタディから得られた知見から、WEBサイト型の試作ガイドを作成した。作成したガイドは技術指導や会場主催の製品開発セミナー等で活用予定である。

本研究では開発初期の試作方法として主に簡易試作を取り



図13 WEBサイト型ガイド

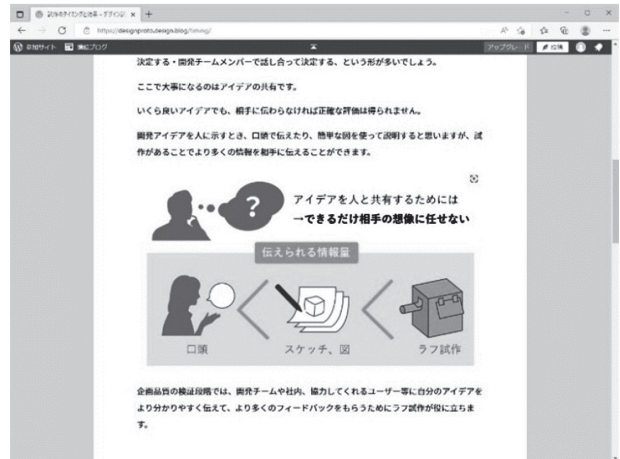


図14 解説ページ(抜粋)



図15 試作例ページ(抜粋)

上げたが、開発段階の進行に合わせて別の試作方法も必要になる。今後は開発初期段階以降の試作方法についての研究を実施したい。また、簡易試作の確認には実際に開発メンバーが集まって会議を行う必要があったが、AR等のデジタル技術を用いた、遠隔での試作確認に関する研究展開も今後検討したい。

参考文献

- 1) ティム・ブラウン：デザイン思考が世界を変える イノベーションを導く新しい考え方, 早川書房, 315PP., (2010)
- 2) 黒須正明, 他：人間中心設計の基礎, 近代科学社, 281 PP., (2013)
- 3) 日高青志, 他：新製品開発のための企画づくり支援ツールの開発, 北海道立総合研究機構工業試験場報告, No. 319, pp39-52 (2020)
- 4) 印南小冬, 他：失敗事例から商品開発プロセスを学べるツールの開発, 北海道立総合研究機構工業試験場報告, No.316, pp141-145 (2017)

研究ノート

Research Note

XRデバイスを活用した作業学習コンテンツの開発

神生 直敏, 安田 星季

Development of Work Learning Content using XR Devices

Naotoshi KAMIO, Seiki YASUDA

抄 録

国内中小企業では、少子化・高齢化問題による労働力不足を補うために、IoTやAIの活用が進められている。一方でXRの進歩が昨今著しく、熟練者の技術・技能を学習する活用事例が世界的にも増えている。そこで、技術・技能継承の対象作業として、今回は林業伐倒作業（チェーンソー作業）や人工透析の血流回路組立作業（プライミング作業）を取り上げ、熟練者の視線計測結果を基にXR学習コンテンツを作成した。コンテンツ被験者への調査の結果、作業理解度の向上が見られ、一定の有効性を確認した。併せて、XRデバイス導入に関する課題を抽出した。

キーワード：XR，視線計測，技術・技能継承，作業学習コンテンツ

1. はじめに

国内大手企業では、少子化・高齢化問題による労働力不足を補うために、これまで熟練作業者が担っていた作業にAI・IoT技術を活用した自動化装置・ロボットの導入が話題となっている¹⁾。

一方、道内中小企業では、熟練作業者が感覚的に有しているノウハウやコツを明確化できていないところが多く、ノウハウを可視化・整理が必要である。ノウハウ分析に視線計測の利用が有効であることは、過去の研究成果等でも紹介している²⁾。

更にXRの進歩が著しく、技術・技能の学習への活用が世界的にも増えており³⁾、熟練者の視線情報をもとに、XR学習コンテンツを用いることで、作業ノウハウを効果的・効率的に習得することが期待される。

本研究では、林業及び医療教育機関の協力により、視線計測装置から得られた熟練者の作業情報を活用した、XR学習コンテンツ開発を行い、その有効性の検証やコンテンツ開発に係る課題等を調査した。

2. 視線計測結果の可視化方法

本研究で使用する視線計測情報結果の可視化方法として、①ヒートマップ（注視頻度・滞留時間を色分布で表示）、②ゲイズプロット（注視軌跡・滞留時間を線・番号・円径で表

事業名：経常研究

課題名：技術・技能伝承における視線データを活用した拡張現実技術に関する研究

示)のほか、最近では③マルコフ・クラスタ・アルゴリズム（MCA；視線の移行パターンを矢印線の太さで表現⁴⁾、④視線カウンター（視点滞留を1/30秒単位で集計し、グラフ化⁵⁾）などが挙げられたが、可視化した作業情報の理解の容易さ、解析作業時間などを総合的に考慮して、①ヒートマップと②ゲイズプロットを使用することとした。視線計測及び可視化には、トビー・テクノロジー社のTobii Glass2（メガネ型視線計測装置）及びTobii Pro Lab（視線計測結果の分析ソフトウェア）を使用した。

具体的な視線計測と可視化の例として、林業でのチェーンソー作業における樹木の伐倒作業（以下、伐倒作業）を図1に示す。図1は、熟練者の作業における、視線計測装置及び同時撮影した家庭用ビデオの画像である。視線計測装置の映像は、装着者の注視点がリアルタイムに記録されるのが特徴

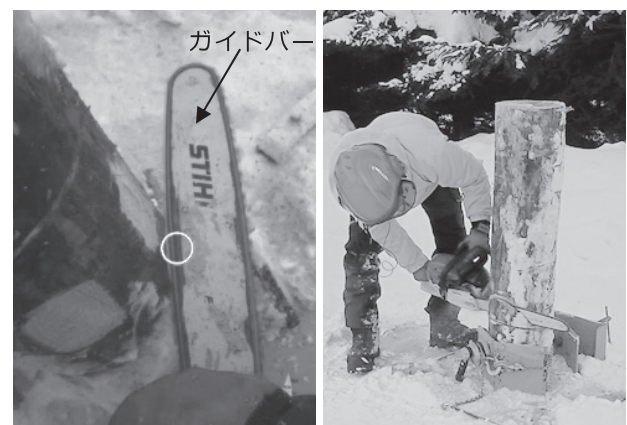


図1 熟練者の伐倒作業での視線計測例
(左：視線計測装置画像、右：家庭用ビデオカメラ画像)

である。一方で家庭用ビデオは、第三者視点からの映像となり、作業者の身体姿勢等が判りやすく、それぞれ特徴が異なることから、技術・技能継承用途の記録の場合には、同時撮影が望ましいことも判った。

また、比較対象として非熟練者（学生）の作業の様子も撮影した（図2）。



図2 熟練者（左）と非熟練者（右）の伐倒作業の様子

伐倒作業の「下切り作業」における熟練者の視線計測結果を、ヒートマップやゲイズプロットにより可視化したものを図3に示す。熟練者は、ガイドバー（実際に樹木に接触するチェーンが走行する、先端が円形をした金属板）が樹木の接触する2箇所を特に注視していることが判明した。



図3 熟練者の視線情報を可視化した例
（左：ヒートマップ，右：ゲイズプロット）

他にも視線計測結果を比較分析した結果、熟練者の注視点と非熟練者の注視点とが顕著に異なる工程や注視すべき箇所と留意すべき箇所などの情報が得られた。このように可視化で得られた知見は、次章での学習コンテンツの作成に反映した。

3. XRデバイス用作業学習コンテンツの開発

3.1 作業学習コンテンツの作成概要

一般に、映像を使った技術・技能の習得手段としては、

- ① スマートフォンや視線計測装置などで、手本となる熟練者の映像と非熟練者の映像を記録し、比較・確認する
- ② コンピュータシミュレーション映像を活用する

等が挙げられる⁶⁾。ただし、実際の作業環境と異なることがあること、作業を理解したつもりになりやすいことに留意する必要がある。つまり、動作だけを真似ても習得したとは言えず、非熟練者が動作内容の目的まで理解して、初めて習得したと見なせるからである。さらに、非熟練者が多人数の場合には、教育実施者が個々の習得状況を把握して、状況に応じた対応が必要である。

これらを踏まえ、本研究でのコンテンツの開発は、「現状把握（工程）」→「コンテンツ作成・配置」→「表示する動画・注釈の位置調整」の順に行った。併せて、作業途中や作業終了後に熟練者に作業の各工程で留意すべき点について聞き取りを行った。

まず教育機関で使用されている教材や実習の様子をもとに、対象作業の一般的な教習方法を調査した。教材例として実際の伐倒作業の教材の一部を図4に示す。切り口などの立体構造が理解しやすくなっており、作業学習コンテンツを作成する上での参考とした。

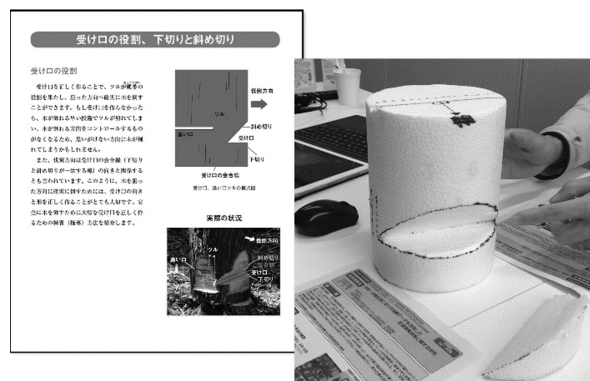


図4 伐倒作業の教材（左：教科書，右：切り口の模型）

3.2 伐倒作業学習コンテンツの開発

学習コンテンツの開発にはXRデバイス向けコンテンツ開発に頻用される開発環境ソフトウェアであるUnity Technologies社のUnityを使用した。XRデバイスはMicrosoft社のHoloLens 2を用いた。開発画面の一部を図5に、また実際にXRデバイスを装着した人が見る作業学習コンテンツの画面例を図6に示す。コンテンツには、

- ・作業の対象である樹木や透析装置などの3DCGモデル
- ・作業工程表
- ・作業の留意点を示す矢印や注釈

・特に重要な留意点は、事前に録画した作業中の熟練者の視線動画に熟練者の注視点の動きを重ねた動画等を配置し、該当する作業途中に非熟練者が注視すべき箇所を理解しやすいようなコンテンツとした。

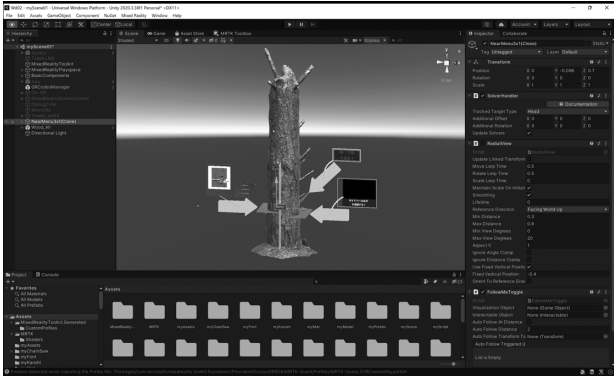


図5 開発した伐倒作業 学習コンテンツ開発画面例



図6 伐倒作業学習コンテンツの画面表示例

3.3 プライミング作業学習コンテンツの開発

透析装置の血液回路を透析液で満たすプライミング作業（以下、プライミング作業）は、人工透析処置で臨床工学技士が行う作業であり、臨床工学技士の育成には不可欠な作業である。プライミング作業は、ダイアライザ（ろ過器）、ポンプなどをチューブで繋ぐ作業であるが、一定の時間内に行う必要があり、習熟が必要な作業である。ただ、透析装置を使った訓練には、ろ過器（消耗品）や透析装置が必要で、コスト面の問題も生じる。そのような問題を解決する1つの手段としてXRデバイスの活用の期待があり、本研究の中で取り組むこととした。

図7は熟練者と非熟練者（学生）のプライミング作業の様子である。今回作成したプライミング作業学習コンテンツの開発画面の一部を図8、実際の画面例を図9に示す。コンテンツでは作業手順書の表示や、時間表示機能も付加している。



図7 熟練者（左）と非熟練者（右）のプライミング作業の様子

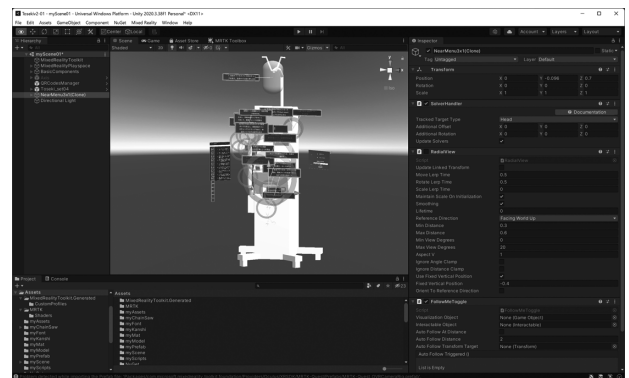


図8 プライミング作業学習コンテンツ開発画面例



図9 プライミング作業学習コンテンツの画面表示例

4. 開発した作業学習コンテンツの有効性の実証試験

開発した作業学習コンテンツの有効性を確認する試験を行った。試験の様子を図10に示す。被験者7名（伐倒作業：5名、プライミング作業：2名）にコンテンツを使用させ、使用后アンケート調査をした（図11）。その結果、7名中6名が従来の学習方法と比べて作業の留意点を「よく理解できた」、「ある程度理解できた」と回答した。一方、「力覚のフィードバックがない（樹木からの反力など）」、「場所を選ばずに作業内容を学習できる」等の利点や課題があることが判った。

加えて、実証試験と並行して、XRデバイスの利用企業や、研究の実証試験の被験者等からアンケート調査を実施した。現状の課題として整理したものを表1に示す。

XRデバイスの性能の問題、コンテンツ開発環境の問題、さらに習熟度の評価方法が挙げられた。



図10 伐倒作業の学習コンテンツの有効性確認試験の様子

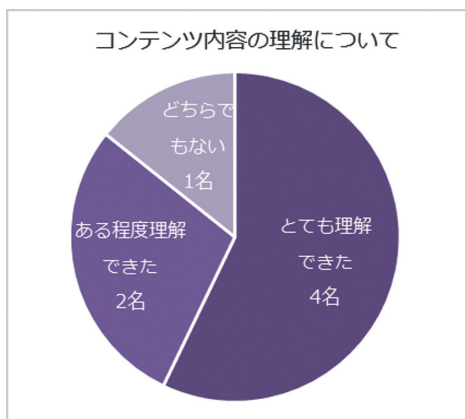


図11 アンケート結果（作業の留意点の理解度）

表1 XRデバイス用学習コンテンツに関する聞き取り調査結果

<p>■XR 端末性能の更なる改善（ハード面）</p> <ul style="list-style-type: none"> ・文字のにじみや、長時間装着すると目が痛い ・「切断時の反動」など、視聴覚以外の感覚情報を取り込んで再現できないか
<p>■現状ではコンテンツ開発の難易度が高い（ソフト面）</p> <ul style="list-style-type: none"> ・開発言語「Unity」の習得が必要で、難易度が高い ・簡易なメッセージが表示できるアプリケーションが欲しい
<p>■時間以外の要素も加味した「習熟度の総合評価方法」の開発</p> <ul style="list-style-type: none"> ・所要時間やチェック項目での評価だけでなく、加工した寸法値や身体動作なども加味した総合評価はできないか？

5. おわりに

本研究では、熟練者の作業ノウハウを視線計測で可視化して、XRデバイスによる学習コンテンツを作成し、実証実験にてXR学習コンテンツの有効性を確認した。

XRは、デバイスの進化とともに、技術・技能継承の手段の一つとして、今後の活用が一層期待され、当场でも聞き取り調査で得られた課題を解決すべく、今後の研究内容を検討して行く予定である。

謝辞

本研究を進めるにあたり、視線計測分析には関西大学 堀口 由貴男教授、実験データ収集には、北海道立北の森づくり学院 駒田 賢主任及び札幌看護医療専門学校 山田 憲幸臨床工学技士学科長にそれぞれご助言・ご協力を頂いた。記して謝意を表する。

参考文献

- 1) 日刊工業新聞「熟練作業の自動化ロボ、川重が開発AIが感触・音まで学習」(2017)
- 2) 神生直敏：技能伝承におけるIoTの活用例と注意点，日刊工業新聞社 工場管理 Vol.64 No.10, pp.48-51, (2018)
- 3) 溶接技能訓練システム
「Soldamatic」<https://www.soldamatic.com/>
- 4) 堀口由貴男，鈴木貴也ほか：Markov Cluster Algorithmを用いた列車運転士の注視パターン分析，日本知能情報ファジイ学会 第31回ファジイシステムシンポジウム論文集，pp.48-51, (2015)
- 5) <https://www.trans-cosmos.co.jp/company/news/190703.html>
- 6) 中川一史，苑復傑：教育のためのICT活用，放送大学教育振興会，pp.25-28, (2022)

非焼成硬化技術による徐放性肥料の開発

執行 達弘, 森 武士, 野村 隆文

Development of Slow-release Fertilizers using Non-firing Solidification Technology

Tatsuhiko SHIGYO, Takeshi MORI, Takafumi NOMURA

キーワード：二水石膏, シリカゾル, 硬化・溶解機構, カルシウム肥料, 農工連携

1. はじめに

徐放性肥料とは圃場で徐々に有効成分を放出する肥料であり、種々の化学的・物理的方法で製造されている¹⁾。たとえば、物理的方法のひとつである被覆法で製造された肥料では、水溶性の有効成分が安定な樹脂で被覆されており、被覆膜が有効成分を外部環境から隔離し放出を制御している²⁾。これらは長期間にわたって農作物の成長を助ける。さらに、施肥量の削減による省資源・環境負荷の軽減や、施用回数の低下による省力化なども期待できることから、研究開発や製品化が広範に行われている¹⁻³⁾。

カルシウムは窒素・リン酸・カリウムに次いで農作物に必要な成分である⁴⁾。一般に、土壤酸性を中和する目的で炭酸カルシウムが散布、供給される。一方、北海道の主要農作物であるジャガイモの栽培において、土壤pHがアルカリに傾くと「そうか病」が発生しやすくなるという問題がある⁵⁾。したがって、カルシウムを供給するがpHがアルカリに傾きすぎない、すなわち徐々にカルシウムを供給する肥料が切望されている。

一方、我々は二水石膏（硫酸カルシウム二水和物）とシリカゾルを混合、成形するだけでタイル形状硬化体を作製できる「非焼成硬化技術」の開発に取り組んでいる。これまで、焼成工程を経ずに焼成タイルに相当する強度を発現させることに成功し⁶⁾、本技術を硬化材として応用した調湿タイルが製品化されている^{6,7)}。その後、得られる硬化体は水中で徐々に溶解する特徴が判明し用途拡大における課題であることも報告した⁸⁾。

ここで、居室や寝室とは異なり、浴室など水回りで使用するタイルにとって水中で徐々に溶解する特徴は解決すべき課題である。しかし、先に述べた徐放性肥料にとっては求められる性能であり、本技術を展開できることに着想した。そこで本研究では、徐放性カルシウム肥料の開発を目的とし、非焼成硬化技術にもとづく材料設計のための基礎研究を行っ

た。本技術の硬化材である二水石膏とシリカゾルによりペレット形状硬化体を作製、評価した後、水中での溶解挙動を調べた。さらに、硬化・溶解機構の解明により、今後の研究や材料設計の方針を提案した。

2. 実験方法

2.1 ペレット形状硬化体の作製と評価

原料として二水石膏粉末（GB；北清企業株式会社製）及びシリカゾル（SS；アデライト AT-30、株式会社ADEKA製）を用いた。ここで、GBとは新築工事時に発生する石膏ボードの端材廃棄物を破砕、分離して得られるリサイクル製品である。成形ではGBに外割で10mass%のSSを混合した後、押出造粒機（ディスクペレッターF-5型、株式会社ダルトン製）を用い、直径3mm、長さ約6mmのペレットを成形した。その後、成形体を室温で72h乾燥し硬化体を得た。

また、原料及び硬化体について、蛍光X線分析（XRF；ZSX Primus II、株式会社リガク製）による化学組成の測定、X線回折（XRD；ULTIMA IV、株式会社リガク製）による生成相の同定、走査型電子顕微鏡（SEM；JSM-6610LA、日本電子株式会社製）による微細構造の観察を行った。圧壊強度は硬度計（デジタル硬度計KHT-40N、株式会社藤原製作所製）を用いて測定した。

2.2 水中での溶解挙動

徐放性肥料の放出速度の評価方法^{1,2)}を参考に、硬化体をプラスチック容器に設置した後、全量が溶解する⁹⁾二倍量の蒸留水を注ぎ、23°Cの恒温室に静置した。24hごとに蒸留水を交換し所定の時間後、硬化体を乾燥、秤量することで重量減少率を求めた。なお、硬化体はすべて二水石膏と仮定して二倍量の蒸留水を算出し、乾燥は二水石膏の脱水を考慮して60°Cで24h行った。

事業名：経常研究

課題名：非焼成硬化技術による崩壊性材料の開発

3. 結果と考察

3.1 ペレット形状硬化体の作製と評価

原料のGBはリサイクル製品であるため、まず基本性状を調べた。表1に化学組成を、図1にXRDパターンを示す。表1より、CaOとSO₃を合わせて97.5mass%、次いでSiO₂を1.1mass%、Al₂O₃を0.5mass%含むことがわかった。CaOとSO₃それぞれを式量で割ると同程度のモル比になる。図1より、生成相は二水石膏(CaSO₄・2H₂O)及び半水石膏(CaSO₄・0.5H₂O)と同定された。ただし、ピーク強度に着目すると半水石膏は二水石膏よりも著しく小さく、含有量は少ない。以上より、GBは少量の不純物が混入しているがリサイクル製品としては高純度な二水石膏であるといえる。

表1 GBの化学組成 (mass%)

F	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	SO ₃
0.2	0.0	0.2	0.5	1.1	0.0	53.9
Cl	K ₂ O	CaO	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	SrO	
0.0	0.1	43.6	0.1	0.2	0.1	

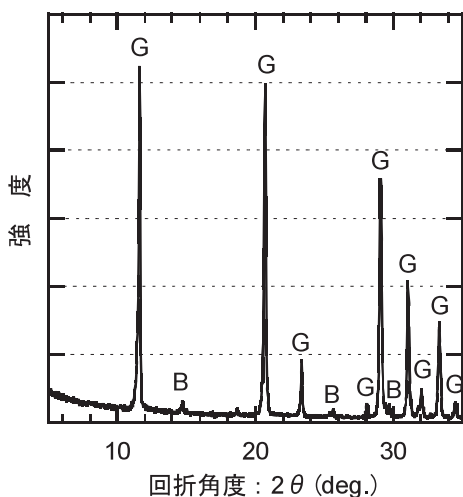


図1 GBのXRDパターン
生成相 G：二水石膏，B：半水石膏

GBとSSから作製した硬化体(図2)は圧壊強度155Nであった。肥料散布機での使用には圧壊強度10Nが必要であることから、使用初期の強度は十分である。これまで、本技術はおもに調湿タイルへの展開を目指しタイル形状硬化体を作製してきた。しかし本研究により、適切な成形機とSS添加量を選択することで肥料のペレット形状など他の用途の異なる形状も作製できることが確認できた。

なお、硬化体ではGB(図1)から半水石膏が消失し二水石膏と同定された。非晶質のSSに加え、硬化に伴う生成相は認められなかった。詳細は3.3節で述べる。



図2 作製した硬化体の外観

3.2 水中での溶解挙動

図3にGB粉末、GBとSSから作製した硬化体(GB+SSペレット)及びGBと水道水から作製したペレット(GB+水道水ペレット)に対する水中での重量減少率の時間依存性を示す。GB粉末が1日以内に溶解した一方、GB+SSペレットは1日後に23%、3日後に52%、7日後に84%が減少したことから徐放性が発現することがわかった。GB+水道水ペレットは1日後に28%、3日後に70%が減少し、5日後には目視できなくなったことから、徐放性はGBの圧粉だけではなくGBとSSの作用の影響も受けていると考えられる。詳細は3.3節で述べる。

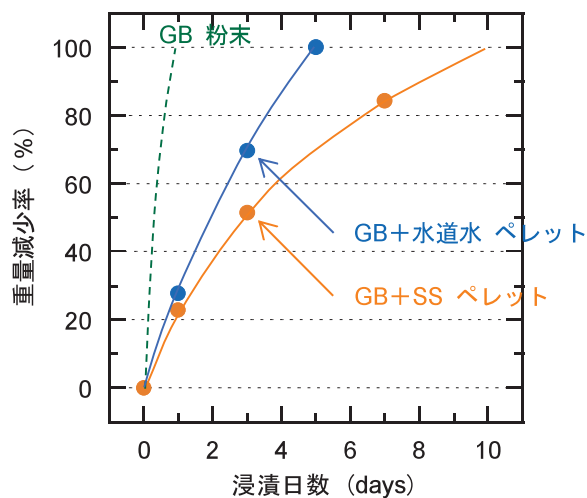


図3 各種GB試料の水中での溶解挙動

本研究で開発を目指す徐放性肥料では溶出率が80%を越える日数が性能の目安であり、30日や70日、100日などが主流である。したがって、本技術で作製した硬化体には性能の向上が必要である。

3.3 硬化・溶解機構の解明

硬化体の徐放性を向上させる材料設計を提案するためには、硬化体に徐放性が発現した原因にもとづき、硬化・溶解機構を解明することが有効と考えられる。そこで、3.2節で得られた水中で溶解する前後の硬化体を評価し、強度及び耐水性との相関を調べた。

水中で溶解する前後の硬化体について、図4に微細構造を、図5にXRDパターンを示す。溶解前に着目すると、硬化体の微細構造は大部分において二水石膏に特徴的な棒状粒子であり⁹⁾、生成相も二水石膏であった。次に溶解後に着目すると、わずかに残存した硬化体の微細構造はnm規模の微小な球状粒子であり、生成相は非晶質と石英であった。ここで、SSを乾燥して得られた粉末（シリカゲル）が同様な微細構造と非晶質のXRDパターンであったことから、溶解後はシリカゲルと少量の石英が残存していると考えられる。溶解前のシリカゲルと石英について、XRDパターンにおいては二水石膏の結晶性が高く非晶質のシリカゲルと少量の石英は検出が難しくなっていると考えられ、また、微細構造を精査すると微小な球状粒子も観察できる。したがって溶解前から存在し、溶解前の硬化体は二水石膏とシリカゲル、少量の石英の混合物であると推察した。

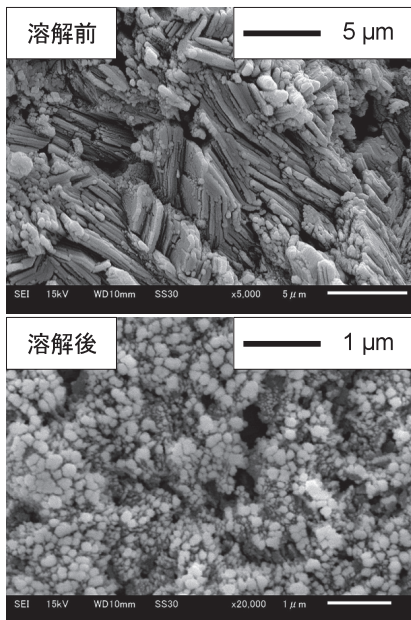


図4 水中で溶解する前後の硬化体の微細構造

硬化については従来、二水石膏由来のカルシウムイオンとシリカゾルが反応し、セメントの主要硬化成分であるCSH (Calcium Silicate Hydrate; ケイ酸カルシウム水和物) ゲルを生成すると考えられてきた⁶⁾。しかし、本技術で作製した硬化体に対してCSHゲルのXRDピークが認められたことがないこと、硬化体の耐水性が低いこと、カルシウムイオンとシリカゾルの反応では硫酸イオンの収支が合わないことなどが未解明であった。ここで、シリカゾルが、溶解した二水石膏から二水石膏を結晶化する速度と結晶形態に与える影響を調べた報告がある¹⁰⁾。それによると、シリカゾルは反応に寄与せず、二水石膏の析出を促進する触媒の働きをする。この報告にもとづき、これまで得られた結果を整理すると、図6に示す硬化・溶解機構を説明することができる。すなわち、

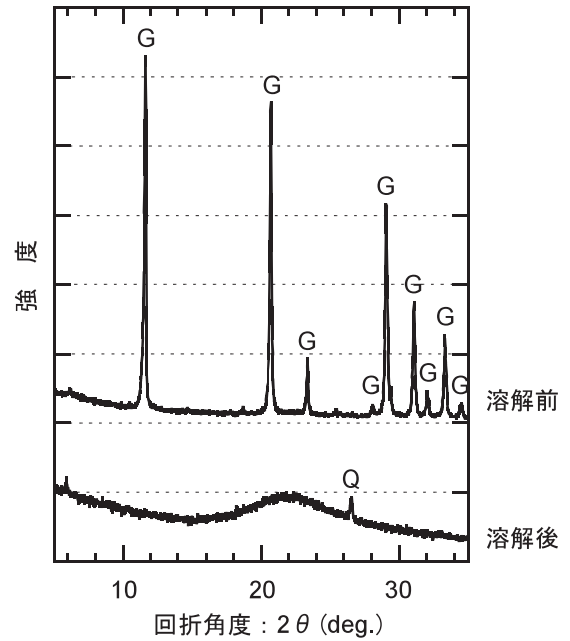


図5 水中で溶解する前後の硬化体のXRDパターン
生成相 G: 二水石膏, Q: 石英

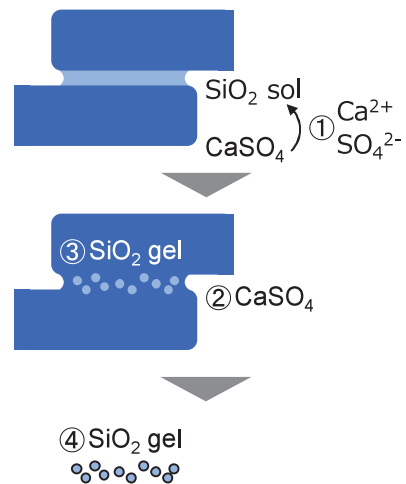


図6 非焼成硬化技術の硬化・溶解機構

- ① 混合により二水石膏とシリカゾルが接触することで二水石膏が溶解し、カルシウムイオンと硫酸イオンを生成する。
- ② それらは、隣接する粒子との間で再び二水石膏として析出し架橋することで材料全体の強度を向上させる。
- ③ シリカゾルは反応に寄与せず、二水石膏を析出させた後は乾燥によりシリカゲルとなる。その際、架橋部分に取り込まれ「骨格」となる。
- ④ 硬化体を水に浸漬した場合、全体は二水石膏であるため23℃では水100mLにつき0.2gが溶解し⁹⁾基本的には耐水性を示さない。ただし、シリカゲルの「骨格」により7日間は形状を維持する程度の耐水性が付与される。最終的にシリカゲルが残存する。

シリカゾルがシリカゲルとなり、「骨格」として機能することで若干の耐水性を示すカルシウムペレットを作製することができた。しかし、このまま徐放性肥料として求められる長期間を使用することは困難である。製品化するためには、やはり樹脂被覆との複合などで硬化体が直接外部環境、特に水に接触しないような材料設計が必要である。

一方、硬化・溶解機構の解明により、本技術単独では目標とする徐放性を「制御できる」材料の開発までは展開できないと考えられる。現在、本技術と同様の非焼成で強度と耐水性に優れた硬化体を作製する新たな技術を導入し、本技術との複合に取り組んでいる。

4. まとめ

徐放性カルシウム肥料の開発を目的とし、我々が長年開発に取り組んでいる非焼成硬化技術にもとづく材料設計のための基礎研究を行った。ペレット形状硬化体の作製と評価、水中での溶解挙動の評価及び硬化・溶解機構の解明を行った結果、以下のことがわかった。

- 二水石膏粉末に外割で10mass%のシリカゾルを混合した後、押出造粒でペレット形状硬化体を作製できる。
- 室温で72h乾燥して得られた硬化体は圧壊強度155Nであり、肥料としての強度は十分である。
- 作製した硬化体は水中で溶解し7日間で84%の重量減少がある。二水石膏粉末よりは徐放性を示すが、徐放性肥料としては性能の向上が必要である。
- 本技術では、混合により二水石膏とシリカゾルが接触することで二水石膏が溶解した後、隣接する粒子との間で再び二水石膏として析出し架橋することで硬化している。シリカゾルは反応に寄与せず、乾燥によりシリカゲルとなる際架橋部分に取り込まれ、若干の耐水性を付与している。

このまま徐放性肥料として求められる長期間を使用することは困難であるため、新たな材料設計が必要であり研究を継続している。

参考文献

- 1) 徐放技術と用途展開, 東レリサーチセンター, 366PP., (2002)
- 2) 菅野均志・西尾 隆: 樹脂系被覆肥料による革新的な施肥技術の開発と今後の展望, 日本土壤肥料学雑誌, Vol.86 No.1, pp.60-65, (2015)
- 3) 辻 孝三: 農薬製剤はやわかり, 化学工業日報社, 224PP., (2006)
- 4) 松中照夫: 土壌学の基礎, 農山漁村文化協会, 389PP., (2007)
- 5) 田村 元・竹内晴信・田中文夫: ジャガイモそうか病に

対する土壌酸度調整資材の抑制効果と残効性, 北海道立農業試験場集報, Vol.73, pp.57-61, (1997)

- 6) 地方独立行政法人北海道立総合研究機構・株式会社加賀谷ブリック, 調湿内装材の製造方法, 特許第5070529号, 2012-11-14
- 7) 野村隆文・執行達弘・赤澤敏之他: 道産多孔質資源の利活用と高機能化製品の開発, 北海道立総合研究機構工業試験場成果発表会発表要旨集, pp.30-32, (2013)
- 8) 執行達弘・森 武士・野村隆文: 牡蠣殻へのロゴ転写を可能にする養殖用基質の開発, 北海道立総合研究機構工業試験場成果発表会発表要旨集, p.28, (2021)
- 9) セメント・セッコウ・石灰ハンドブック, 無機マテリアル学会, 750PP., (1996)
- 10) Fulin Wang・Thomas E. Davis・Volodymyr V. Tarabara: Crystallization of Calcium Sulfate Dihydrate in the Presence of Colloidal Silica, *Ind. Eng. Chem. Res.*, Vol.49, pp.11344-11350, (2010)

深共晶溶媒を用いた反応及び抽出プロセス開発

吉田 誠一郎, 松嶋 景一郎, 近藤 永樹, 小川 雄太
 明本 靖広*, 若杉 郷臣*, 富田 恵一*, 稲野 浩行*

Development of Reaction and Extraction Processes by Deep Eutectic Solvents

Seiichiro YOSHIDA, Keiichiro MATSUSHIMA, Hisaki KONDOH, Yuta OGAWA
 Yasuhiro AKEMOTO*, Motoomi WAKASUGI*, Keiichi TOMITA*, Hiroyuki INANO*

キーワード：深共晶溶媒, 天然由来物質, 化学プロセス, 反応, 抽出

1. はじめに

反応や抽出といった単位操作では、多くの場合、何らかの溶媒が用いられる。一方で、一般的な溶媒である有機溶媒、無機酸などは、揮発性などに起因する環境負荷が課題の一つであった。そこで我々は、天然由来物質から調製可能で、環境負荷の小さな溶媒である深共晶溶媒 (Deep Eutectic Solvent, DES)^{1,2)} に着目した (図1)。

DESはAbbottらによって報告されてから、世界中で研究が進んでいる新規の溶媒であり、水素結合供与体 (HBD) と水素結合受容体 (HBA) として働く複数の物質を混合、加熱することで得られる。代表的な例として、アミドの一種である尿素とアンモニウム塩の一種である塩化コリンからなるDESの写真を図1に示す。本来、尿素と塩化コリンの融

点はそれぞれ133°C, 305°Cであり、室温では固体である。しかしながら、尿素:塩化コリンの2:1 (モル比) の混合物は、融点が12°Cの共晶を形成し、室温で液体のDESとなる。DESは、尿素と塩化コリンの組み合わせに限らず、天然由来の物質である糖、アミノ酸、有機酸などからなる例が多数報告されている³⁾。

DESが有するユニークな特性として、その組成を設計することで極性、pH、粘度といった溶媒としての物理化学的特性をデザインできる点がある。溶媒の物理化学的特性は、反応や抽出に大きく影響を与えることから、用途に応じた適切なDESを設計することで、効率的な化学プロセスの確立が期待でき、実際に様々な応用例が報告されている⁴⁾。例えば、酸性を示す化合物を組成に含むDESは酸としての性質を持ち、酸触媒としての働きや金属の溶解性などを有する。

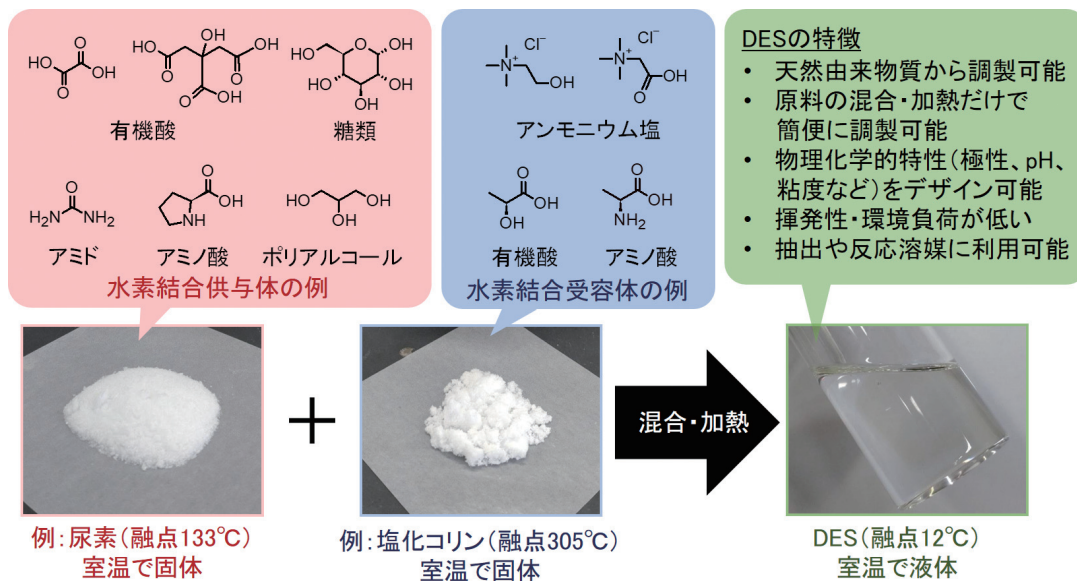


図1 DESの概要及び写真

* 道総研エネルギー・環境・地質研究所, * Hokkaido Research Organization, Research Institute of Energy, Environment and Geology
 事業名：経常研究
 課題名：天然由来物質の高機能化を目指した分離・反応プロセスの開発

また、水を組成に含まないDESは有機溶媒を含まない非水系の反応溶媒となる。加えて、環境負荷という観点ではDESは一般的な有機溶媒などに比べると揮発性が低く、環境への放出が抑制できる。さらに、DESの原料として天然由来物質などを利用できるため、溶媒のコストを低減できる可能性がある。このように、DESは環境負荷を低減した効率的な化学プロセスを実現する上で、優れた特徴を持つ溶媒であると考えられる。

そこで本研究では、有機、無機資源からの高付加価値物質の抽出、あるいは、天然由来物質からの高付加価値物質の合成といった化学プロセスに、DESを適用することを検討した。具体的には、①有機資源である玉ねぎ果皮からのポリフェノール抽出、②無機資源である廃電子基板からの金属抽出、③糖類からのオリゴ糖の合成、の3例について検討した結果を報告する。

2. DESを用いた玉ねぎ果皮からのポリフェノール抽出

DESは難溶解性のポリフェノールなどを抽出する溶媒としての応用が数多く報告されている⁵⁾。一般にポリフェノールの抽出には、含水有機溶媒（エタノールやアセトンの水溶液）が用いられているが、これらの溶媒は最終的には除去が必要である。また、近年の安全性への意識の高まりなどの理由から、有機溶媒を使わない抽出技術として、天然由来の物質などから調製可能なDESの利用が期待される。我々は、北海道の主要な作物の一つである玉ねぎの果皮（鬼皮）に含まれるケルセチンのDESによる抽出を検討した（図2）。ケルセチンはフラボノイドに分類されるポリフェノールの一種であり、玉ねぎに豊富に含まれている。ケルセチンは抗酸化作用をはじめとする種々の機能が報告^{6,7)}されており、これを配合した健康食品が機能性表示食品として販売されている。

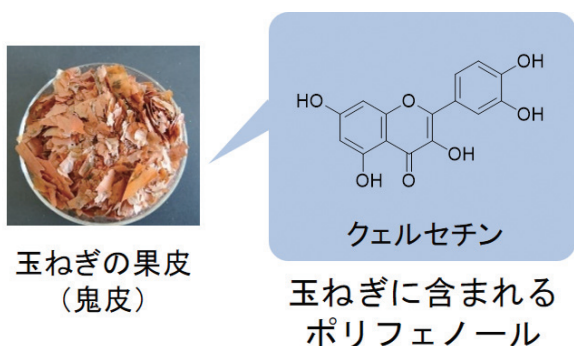


図2 玉ねぎの果皮とケルセチンの構造

2.1 実験方法

数cmの大きさに粉碎した玉ねぎの果皮0.5gを含水DES（水を10wt%含む塩化コリン/乳酸）10gに浸漬し、25℃の恒温槽中で、1週間抽出を実施した。その後、抽出液に含まれるケルセチンの濃度を高速液体クロマトグラフィー（HPLC, Nexera X2, 株式会社島津製作所）により測定し、ケルセチン抽出量を果皮1gあたりに換算して算出した。また、DESとの比較のため、水、80wt%含水エタノールによる抽出実験も実施した。

2.2 結果と考察

DESによる果皮1gあたりのケルセチン抽出量は約30 μ mol/gであり、含水エタノールによる抽出量29 μ mol/gとほぼ同等であった（図3）。一方、水だけではケルセチンはほとんど抽出されなかった。この結果から、DESが優れたケルセチン抽出能を有しており、有機溶媒に代わるポリフェノールの抽出溶媒となり得ることが示された。現在、玉ねぎ以外の有機資源などからのポリフェノール抽出に関する研究を進めている。

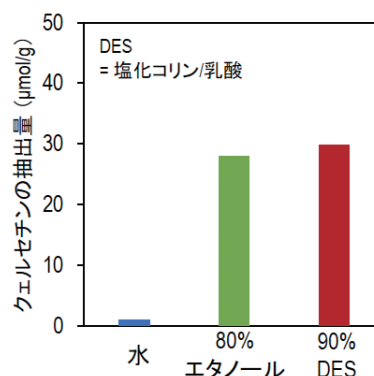


図3 DESによる玉ねぎ果皮からのケルセチン抽出の結果（25℃、1週間）

3. DESを用いた廃電子基板からの金属抽出

DESは金属や金属酸化物といった無機物を溶解できることが多数報告されている^{8,9)}。そこで、無機資源の一種である廃電子基板からの金属抽出を検討した。日本は金属資源を海外からの輸入に頼っているため、金属を比較的高濃度を含む廃棄物を「都市鉱山」と見なし、そこから金属を回収する技術に注目が集まっている。家電製品に含まれるプリント基板の廃棄物である廃電子基板は、重量の三割が金属であり、都市鉱山として有望である（図4）。一般の金属回収では、王水などの酸化力の高い溶媒が用いられているが、王水は揮発性と腐食性が高く、作業環境や自然環境に与える負荷が課題とされている。DESは揮発性が低く、王水の持つデメリットを克服可能な溶媒であると考えられる。

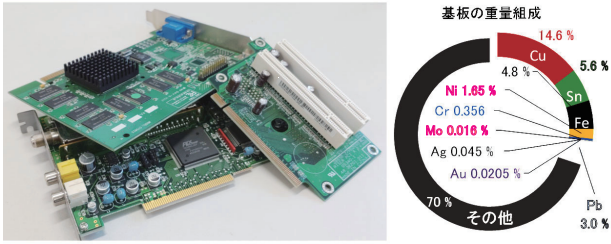


図4 廃電子基板の写真と基板の重量組成
(組成は阿川らの報告¹⁰⁾より作成)

3.1 実験方法

廃電子基板を凍結粉碎し、1 mm 以下に分級した基板粉砕物 1 g を DES (塩化コリン/シュウ酸) 10 g に添加し、100°C のオーブンで 2 日間静置した。その後、抽出液から基板の残渣をろ過で取り除き、抽出液中の金属種を誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP-OES, ICPS-8100, 株式会社島津製作所) により定量した。基板に含まれる金属の含有量に対する抽出された金属量を抽出率 (%) とし、抽出能を評価した。また、比較のためシュウ酸水溶液、塩酸による抽出試験を行い、液固比、処理温度及び時間の各条件は DES による抽出試験と同様に処理した。なお、シュウ酸の濃度は DES に含まれるシュウ酸の重量濃度と同一とし、塩酸の濃度は DES に含まれる塩素イオンと塩酸中の塩素イオンの重量濃度が同一となるようにした。

3.2 結果と考察

廃電子基板に豊富に含まれている銅の抽出率は約 90% となっており、基板に含まれる銅の大半を抽出できた (図 5)。一方、DES の構成成分であるシュウ酸の水溶液や、単純な酸である塩酸では、銅はほとんど抽出されなかった。この結果は、DES が銅の抽出に優れた溶媒であることを示している。

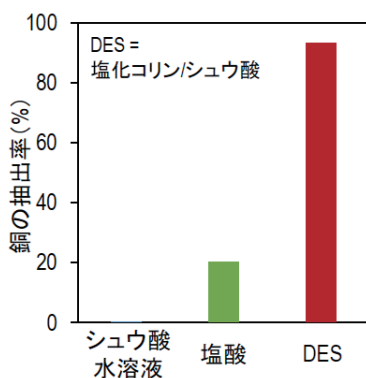


図5 DES による廃電子基板からの金属抽出
(100°C, 2 日間)

4. DESを用いたオリゴ糖の合成

グルコースやセルロースなどの糖類は、代表的な天然由来物質の一つである。単糖がグリコシド結合で 2~10 個程度つながった構造をとるオリゴ糖は、整腸作用をはじめとする種々の機能が報告されており、機能性食品の分野などで重要な物質である。一般的にオリゴ糖の合成は、オリゴ糖よりも分子量の大きな多糖類を触媒や酵素により加水分解することで合成するブレイクダウン型の合成、あるいは単糖を触媒や酵素などで脱水縮合するビルドアップ型の合成が検討されている^{11,12)}。ブレイクダウン型の合成法は、簡便にオリゴ糖が合成できるが、オリゴ糖の構造は多糖類の構造に依存する。一方でビルドアップ型の合成法は、基質に応じた適切な酵素がない場合には、有機溶媒中での複雑な有機化学的手法を用いる必要があり、製造コストが課題となり得る。このような背景から、DES を反応の溶媒に用いた脱水縮合によって、単糖からオリゴ糖が合成できるかを検証した。DES がオリゴ糖の合成に適していると期待できる理由として以下の二つが挙げられる。

- DES は組成の設計により、無水あるいは含水量が少ないものを調製できるため、脱水縮合の反応溶媒として適している。
- 単糖を構成成分とする DES を基質かつ反応溶媒に用いることで、単糖を高濃度な状態にでき分子間の脱水縮合がより促進される。

これらの予想のもと、基質として単糖のグルコースを含む DES を調製し、オリゴ糖の合成を試みた。

4.1 実験方法

塩化コリン/グルコースからなる DES を調製し、これを基質かつ溶媒に用いた。1 g の DES に触媒として 85% リン酸水溶液 50 μ L を添加し、80°C の湯浴中で 1 時間反応させた。また、比較のため DES と同じ重量濃度のグルコース水溶液を調製し、同様の条件で反応させた。反応液に含まれるオリゴ糖の濃度を、イオンクロマトグラフィー (IC, DIONEX DX-500, DIONEX Corporation) により測定した。

4.2 結果と考察

グルコースを構成成分に含む DES を、リン酸を触媒として 1 時間反応させると、図 6 に示すように、グルコース二分子が 1,6 グリコシド結合した、イソマルトース ($\alpha 1 \rightarrow 6$) 及びゲンチオピオース ($\beta 1 \rightarrow 6$) が合計で約 8% の収率で得られた。比較のために、グルコースを DES と同濃度で含む水溶液を、同条件で反応させたが、生成するオリゴ糖の量は 1% 以下とごくわずかであり、DES を基質と反応溶媒に用いることでオリゴ糖の生成が促進されることがわかった。今回得られたイソマルトース、ゲンチオピオースはいずれもイソ

マルトオリゴ糖、ゲンチオオリゴ糖の成分として知られており、甘味料などに利用されている。今後は、他の糖類への応用を検討する。

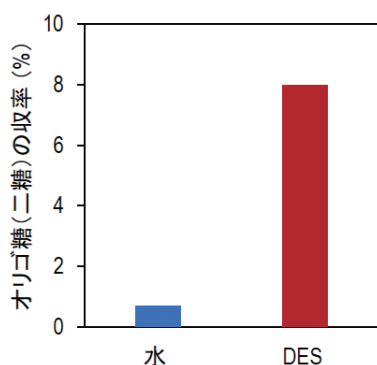


図6 DES中でのオリゴ糖の合成
(80°C, 1h)

5. おわりに

本研究では、新規の環境調和型溶媒であるDESを用いた抽出、反応プロセスを検討し、以下の結果が得られた。

- DESを抽出溶媒に用いることで、含水有機溶媒と同等の効率で、玉ねぎ果皮からケルセチンを抽出することができた。
- DESを抽出溶媒に用いることで、無機酸などを用いずに、廃電子基板に含まれる銅を選択的に抽出することができた。
- DESを基質かつ反応溶媒に用いることで、グルコースからなるオリゴ糖を水中での反応に比べて効率的に合成することができた。

以上の結果より、DESが種々の化学プロセスに適用できる可能性を見出した。いずれの場合においても、有機溶媒や無機酸といった、環境負荷の大きな溶媒を用いずに、目的とする抽出、反応プロセスを効率的に達成することができた。引き続き、DESの応用範囲のさらなる拡大及びプロセス開発を実施し、実用化につなげたい。

謝辞

本研究で使用した、純水・超純水製造システム、ICP-OESは、公益財団法人JKAの機械工業振興補助事業により整備されました。また、IC測定について、道総研林産試験場の多大な協力を受けました。記して感謝申し上げます。

参考文献

- 1) A.P. Abbott, G. Capper, D.L. Davies, *et al.*: Preparation of novel, moisture-stable, Lewis-acidic ionic liquids

- containing quaternary ammonium salts with functional side chains, *Chem. Commun.*, pp. 2010–2011, (2001)
- 2) A.P. Abbott, G. Capper, D.L. Davies, *et al.*: Novel solvent properties of choline chloride/urea mixtures, *Chem. Commun.*, pp. 70–71, (2003)
- 3) H. Vanda, R. Verpoorte, P.G.L. Klinkhamer, *et al.*: Natural Deep Eutectic Solvents: From Their Discovery to Their Applications. In *Deep Eutectic Solvents: Synthesis, Properties, and Applications*, Wiley-VCH, pp. 61–81, (2019)
- 4) E.L. Smith, A.P. Abbott, K.S. Ryder: Deep Eutectic Solvents (DESs) and Their Applications, *Chem. Rev.*, Vol. 114 pp. 11060–11082 (2014)
- 5) M. Ruesgas-Ramón, M.C. Figueroa-Espinoza, E. Durand: Application of Deep Eutectic Solvents (DES) for Phenolic Compounds Extraction: Overview, Challenges, and Opportunities, *J. Agric. Food Chem.*, Vol. 65, pp. 3591–3601, (2017)
- 6) 小堀真珠子：ポリフェノール含有野菜の高機能化とその応用戦略—ケルセチン高含有タマネギの健康機能—, *オレオサイエンス*, Vol. 17(10), pp.475–481, (2017)
- 7) 近藤知己, 上橋朋佳, 渡辺朋子 他：食品成分の抗酸化能の複合的評価について, Vol. 64(9), pp.457–463, (2017)
- 8) M.K. Tran, M.T. F. Rodrigues, K. Kato *et al.*: Deep eutectic solvents for cathode recycling of Li-ion batteries, *Nat. Energy*, Vol. 4, pp. 339–345, (2019)
- 9) A.P. Abbott, G. Capper, D.L. Davies, *et al.*: Solubility of Metal Oxides in Deep Eutectic Solvents Based on Choline Chloride, *J. Chem. Eng. Data*, Vol. 51(4), pp. 1280–1282, (2006)
- 10) 阿川隆一, 西田 稔, 次田泰裕 他：廃棄電気電子機器回路基板の金属分離技術の検討, *廃棄物学会論文誌*, Vol. 16, pp.163–172, (2005)
- 11) 市川幸孝, G.C. Look, C.-H. Wong 他：酵素を用いるオリゴ糖の合成, *有機合成化学協会誌*, Vol. 50, pp.441–450, (1992)
- 12) 菅原正義：オリゴ糖の特性と生理効果, *ビフィズス*, Vol. 7, pp.1–12, (1993)

北海道立総合研究機構工業試験場報告
No.321 (2022)

発行 令和5年1月

発行所 地方独立行政法人 北海道立総合研究機構
産業技術環境研究本部
工業試験場
〒060-0819 札幌市北区北19条西11丁目
電話 (011) 747-2321 (代表)

印刷所 小南印刷株式会社