

☆今月の内容

●トピックス

- ・分析機器5機種による依頼分析・電波暗室での電磁環境試験を受付しています！

●技術紹介

- ・飛行時間型質量分析装置を用いた有機化合物の構造・組成解析について
- ・アルコールの分析について
- ・赤カブの色彩を保つ乳酸菌を用いた加工品の開発について
- ・不織布の製造技術について

●お知らせ

《トピックス》

●分析機器5機種による依頼分析・電波暗室での電磁環境試験を受付しています！

公益財団法人科学技術交流財団とあいち産業科学技術総合センターは、共同で整備・運用する分析機器5機種及び電波暗室での電磁環境試験について、機器の利用及び依頼試験の受付をしております。ぜひ、下記の問い合わせ先までお電話ください。

機器名	仕様・試験内容など
オージェ電子分光装置	日本電子製 JAMP-9500F、大気非暴露対応 ミクロ～サブナノ領域での最表面の元素分析・状態分析
電子プローブマイクロ分析装置	島津製作所製 EPMA-1720H、大気非暴露対応 ミクロ領域での元素分析
波長分散型蛍光X線分析装置	リガク製 ZSX-400、最大試料寸法：直径 400mm×高さ 50mm 小型製品・部品の元素分析
マイクロフォーカスX線CT	島津製作所製 SMX-160LT、マイクロ領域での非破壊検査
走査プローブ顕微鏡	島津製作所製 SPM-9700、大気圧下でのナノ表面観察
電波暗室（エミッション測定）	VCCI/CISPR11/CISPR22 等の規格に基づいた放射エミッション (9kHz～18GHz)、伝導エミッション (150kHz～30MHz)
電波暗室（イミュニティ試験）	IEC61000-4 シリーズの規格に基づいた放射イミュニティ (26MHz～6GHz) 及び伝導イミュニティ (150kHz～230MHz)
電波暗室（耐ノイズ評価試験）	主に IEC61000-4 シリーズの規格に基づいた静電気試験、サージ試験、EFT/B 試験、商用周波数磁界試験、電圧 DIP および瞬停試験

【問い合わせ先】

- ・あいち産業科学技術総合センター 共同研究支援部 電話 0561-76-8315
- ・公益財団法人科学技術交流財団
シンクロトロン光センター 計測分析課 電話 0561-76-8331

飛行時間型質量分析装置を用いた有機化合物の構造・組成解析について

1. 質量分析装置とは

質量分析装置は、試料をイオン化し、その質量電荷比 (m/z) を求めることにより、未知物質の質量数を求めることができます。しかし、質量分析装置にも様々な種類があり、分析目的によって使い分けされています。

未知の有機化合物の構造・組成解析には、高分解能測定によるイオンの精密質量測定、及び MS/MS 測定によるプロダクトイオンの解析が有用な手法としてあげられます。

従来は、質量分析装置による精密質量測定を行う際には、磁場型の質量分析装置が利用されてきました。しかし、磁場型質量分析装置での精密質量測定は、分解能と分析感度が両立しないため、高分解能条件では分析感度が低いという問題がありました。

一方、飛行時間型質量分析装置（以下、TOFMS）は、非常に広範囲な質量を測定することができ、分解能も TOFMS の飛行距離により決定されるため、高感度な精密質量測定が可能です。

2. クロマトグラフィーとは

質量分析装置は、複数試料を分離する機能を有していないため、導入装置として様々なクロマト装置を結合して使用します。

クロマト装置は、「カラム」と呼ばれる部分で、物質の大きさや吸着力、電荷などの違いを利用した移動速度の差で分離を行います。当センターでは、液体クロマトグラフ（LC）、イオンクロマトグラフ（IC）、キャピラリー電気泳動（CE）の3種類のクロマト装置を用いています（図1）。

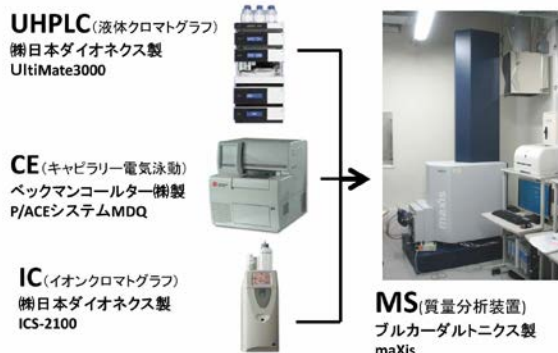
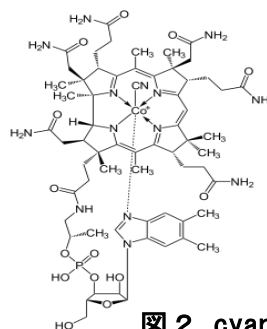


図1 質量分析装置構成図

3. 測定事例

今回は測定事例として、cyanocobalamin（ビタミンB₁₂）の測定事例を紹介します。cyanocobalaminの化学構造は図2のとおりです。



cyanocobalamin
化学式：C₆₃H₈₈CoN₁₄O₁₄P
質量数：1354.56
理論値：1355.5747 [M+H]
CAS No：68-19-9

図2 cyanocobalaminの化学構造

cyanocobalamin を ESI-positive モードで測定した結果（MS 測定、MS/MS 測定）を図3、図4に示します。

測定の結果、 m/z 1355.5751 のプリカーサーイオンを検出しました。理論値との誤差は0.4mmuです。このプリカーサーイオンを用いて組成解析を行ったところcyanocobalaminの組成であるC₆₃H₈₈CoN₁₄O₁₄Pが最上位で組成推定されました。また、MS/MS測定から得られたプロダクトイオンにより、構造解析を行うために有用な情報を得ることができました。

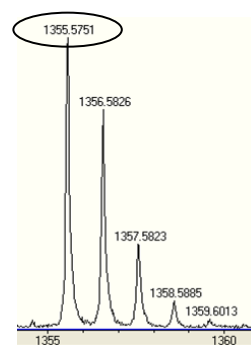


図3 MSスペクトル

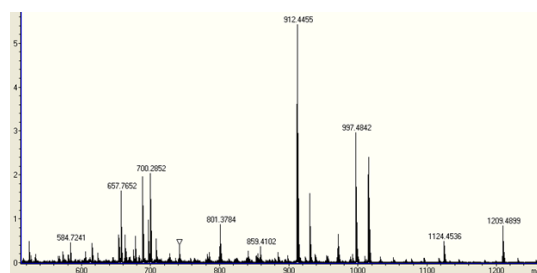


図4 MS/MSスペクトル

4. まとめ

以上のように、TOFMSを使用することで、精密質量測定・組成解析を精度良く行えることがわかりました。当センターでは TOFMS による依頼試験を実施しています。



共同研究支援部 船越 吾郎 (0561-76-8315)
研究テーマ：有機分析、食品分析
担当分野：質量分析

アルコールの分析について

1. はじめに

アルコール（エタノール）は、酒類では、酵母の発酵によって生成する主成分ですが、味噌・醤油では、防腐の目的で 3%程度添加する製品もあります。食品によっては、微量のアルコールの定量が必要な場合もあります。アルコール分析は、食品に含まれる濃度ごとに適切な分析方法があり、濃度が高い順に、比重法、酸化法、ガスクロマトグラフ法が適用されます。今回は、主なアルコールの分析方法を紹介します。

2. 比重法

比重法は、主に酒類、酒粕などアルコール濃度が 5%以上のものに適した分析法です。試料を過熱蒸留した留液を分析に使用します。

(1)浮秤による分析（写真左）

浮秤法は、古くから酒類のアルコール分析に用いられています。清酒などの蒸留液を 15℃に冷却し浮秤を浮かべます。静止した不秤の頸部につけてある目盛りを読み取ります。簡単でコストも安いですが、100ml 以上の試料を要します。

(2)振動式密度計（写真右）

平成 19 年 7 月より、国税庁所定分析法に追加された方法です。酒類の蒸留までは、浮秤法と同じですが、蒸留液の必要量が 10ml 程度と少なくすみ、清酒の甘辛指標である日本酒度も測定できる長所があります。原理は、開放側を固定した U 字管に液体試料を入れ、振動させると、U 字管は固有振動します。この振動の周波数は、液体を含む U 字管の質



写真 浮秤と振動式密度計

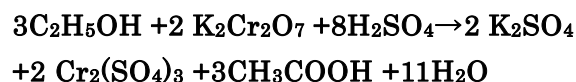
量の平方根に反比例します。そのため、15℃に設定された U 字管内部の液体の質量と容積から液体密度を算出し、アルコール濃度を求めることができます。

当センターでも酒類用振動式密度計を平成 20 年度に購入し、清酒分析に活用しています。

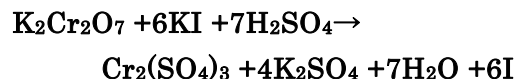
3. 酸化還元滴定法（酸化法）

酸化還元滴定法は、味噌・醤油、奈良漬など 0.5%～5%濃度のアルコール分析に適した分析方法です。試料の水蒸気蒸留液に過剰の重クロム酸カリウム（ $K_2Cr_2O_7$ ）を加えアルコールを酸化させ、残存した $K_2Cr_2O_7$ 量からアルコールの量を求める方法です。以下に反応原理を示します。

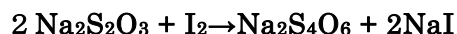
①蒸留液に濃硫酸と $K_2Cr_2O_7$ を加えるとエタノールが酸化され酢酸（ CH_3COOH ）になります。



②冷後、ヨウ化カリウムを加えると未反応の $K_2Cr_2O_7$ に相当するヨウ素が遊離します。



③遊離したヨウ素をチオ硫酸ナトリウムで滴定して、アルコール量を求めます。



4. ガスクロマトグラフ法

ガスクロマトグラフ法は、ノンアルコール飲料等 0.5%以下の微量に含まれるアルコールをその他の揮発成分と分離して定量するのに適した分析方法です。アルコール濃度が低い場合は、比重法、酸化法では、その他の揮発性物質が分析値に大きく影響します。試料の水蒸気蒸留液に内部標準を加えて、ガスクロマトグラフ装置で分離定量します。

5. まとめ

この他にも、簡易法としてアルコール脱水素酵素を用いるアルコール測定キットも市販されています。当センターでは、各食品に適した分析方法を選択してアルコール分析を行っています。



食品工業技術センター 発酵バイオ技術室 山本 晃司（052-521-9316）
研究テーマ：小豆麹を利用した赤飯酒の開発
担当分野：清酒、食酢、魚醤

赤カブの色彩を保つ乳酸菌を用いた加工品の開発について

1. はじめに

アントシアニンにはシソ、サツマイモ、赤カブなどの野菜の主要色素であり、梅干しや赤カブ漬などの漬物においてもその色彩が好まれ、古くから活用されてきました。近年、アントシアニンの抗酸化性や視覚改善作用などの機能が注目され、健康食品ブームによって多彩な商品が登場しています。今回、当センターが保有している乳酸菌を接種して発酵赤カブ漬を調製したところ、接種条件によってアントシアニンの量に差がみられたので、詳細に検討しました。

2. アントシアニンの安定化に及ぼす乳酸発酵の影響

赤カブに当センター保有の乳酸菌 *Enterococcus faecalis* AK-1株、及び *Lactobacillus casei* L-14株を用い、発酵漬物を調製しました。

アントシアニン量

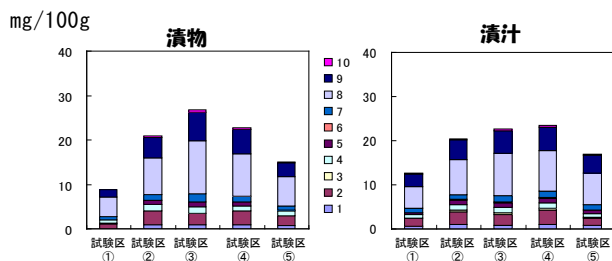


図1 発酵7日後の赤カブ漬、及び漬汁のアントシアニンの合計（総アントシアニン量）

縦軸の数値は、HPLC でみられたピークを、すべて Cyanidine-3,5-di-O-glucoside とみなしたとき、試料 100g あたりのアントシアニン量 (mg)

7日間発酵させた漬物、漬汁について、アントシアニン含量を比較したところ、AK-1株のみ（試験区①）、またはL-14株のみ（試験区②）で接種するよりも、2種類の乳酸菌を混合して接種（試験区③、④）して発酵させたもののほうがアントシアニンの保持に有効なこ

とが推察されました（図1 参照）。アントシアニンは植物細胞内では分子自己会合（スタッキング）などするため、非常に安定ですが細胞が破壊されてアントシアニンが遊離すると、不安定になり退色しやすい色素です。赤カブを切断して塩を加え、重石を乗せて漬ける行為は、まさに細胞を壊してアントシアニンを溶出させることになります。しかし、アントシアニンは酸性下では安定であり、乳酸発酵によって退色せずに鮮やかな赤い色調が保たれるのはそのためです。

さて、今回の乳酸発酵実験での、赤カブ漬の乳酸量を図2に示します。

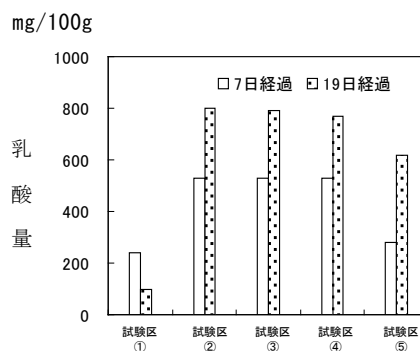


図2 発酵赤カブ漬の乳酸含量の推移
縦軸の数値は、試料100gあたりの乳酸量 (mg)

試験区②、③、④では、漬物の乳酸量には差はありません。しかしアントシアニンが②よりも③、④のほうが保持された理由については、乳酸発酵によるアントシアニンの構造に及ぼす影響が考えられます。どのような菌種の乳酸菌がアントシアニンの安定化に寄与するのか、さらにそのメカニズムについては現在研究中です。



食品工業技術センター 保蔵包装技術室 石川健一（052-521-9316）
研究テーマ：熟成効果のある乳酸菌を活用した発酵漬物の開発
担当分野：野菜加工、微生物対策、微生物活用

不織布の製造技術について

1. はじめに

不織布とは、一般的に繊維を織らずに絡み合わせた布状のものをいいます。羊毛や木綿などの天然繊維、ポリプロピレン、ポリエステルなどの合成繊維など様々な繊維が用いられています。各々の繊維特性を活かして材料や製法、他の素材と組み合わせることにより製品がつくられています。

2. 不織布製造工程について

不織布は、ウェブ（繊維を重ね合わせた状態）を製作し、繊維同士を物理的・化学的に布状に絡ませて製造します。ウェブを形成する方法として、原料ペレットから熔融紡糸を行い作製した長繊維を使用するスパンボンド法、短繊維をカード機などで一定方向に並べてウェブを形成する乾式法、分散剤などを使用して水中に均一分散し、網上に流し脱水してウェブを形成する湿式法などがあります。また、繊維同士を絡ませる方法には、ウェブに熱溶解性繊維を混ぜ込み、熱ロールで圧着するサーマルボンド法、バインダー（接着樹脂）で結合させるケミカルボンド法、ニードル（針）のバーブ（微小な突起）で繊維同士を絡ませるニードルパンチ法などがあります。

3. ニードルパンチ法

一般的に不織布を製造する方法として普及しているニードルパンチ法を紹介します。繊維綿などの原料をカード機（繊維綿を開繊し、繊維方向を揃える装置）でウェブとした後、ニードルパンチ機を用いて不織布へと加工します。図1に当センターが保有しているニードルパンチ試験装置を示します。



図1 ニードルパンチ試験装置

ニードルパンチ法は、カード機で作製したウェブをバーブと呼ばれる突起のついた針を数10回/cm²以上突き刺すことにより繊維同士を機械的に絡ませて不織布に加工する技術です。針の形状（太さやバーブの形状など）や針刺し密度（単位面積あたりに突き刺す本数）、針深度（針を突き刺す深さ）により不織布の風合いが変化します。特に近年、使用する繊維や不織布の風合いに合わせて様々な種類のニードルがつくられています。ニードルの種類は、太さ、長さ、バーブの数、バーブの型、バーブの位置により分けられます。ニードルは、ニードルボードに植えつけられており、バーブは通常、正三角形断面のブレード上に突き刺す方向に逆らうように各辺3個の計9個配列されています。ニードルボードの下死点（下降限度位置）での針深度は縮まりや風合いに大きな影響を与えます。代表的なニードルボードとニードルを図2に示します。

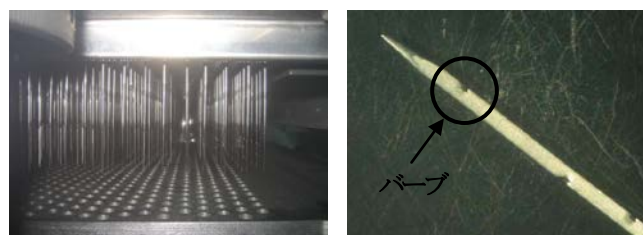


図2 ニードルボード及びニードル

4. 不織布の用途

フィルター、カーシート、医療用途、土木・建築資材、電気絶縁材料など、各種分野で用途開発が進んでいます。

当センターにおいてもカード機及びニードルパンチ試験装置を保有しており、繊維綿から不織布への試作が可能です。また、不織布の強度試験や燃焼性試験などの物性評価も行うことができますので、ぜひご利用下さい。

参考文献

- 1) 日本繊維機械学会不織布研究会編：不織布の基礎と応用 日本繊維機械学会（1993）
- 2) 中村 義男：不織布の製造と応用 株式会社シーエムシー（2000）



三河繊維技術センター 産業資材開発室 深谷 憲男 (0533-59-7146)
研究テーマ：衝撃吸収ロープの開発に関する研究
担当分野：繊維製品の性能評価

お知らせ

▶ 航空宇宙技術者育成研修（後期）の参加者を募集します！

県では、愛知県航空宇宙産業振興ビジョンに基づき、航空宇宙産業分野へ参入予定の中小企業を支援するため、航空機部品の高度な設計・加工技術に対応できる技術者の育成研修を実施しています。

今回、産業技術センターでは、「航空宇宙技術者育成研修」（後期）として、航空宇宙産業において必要な3次元CAD「CATIA（キャティア）」による設計を扱う技術研修（初級コース）及び5軸加工機による加工と三次元測定機による検査に係る技術研修（5軸加工専門コース）の2コースの研修を開催します。皆様方のご参加をお待ちしています。

<初級コース>

【日時】

第1回 10月16日（火）～18日（木）の3日間

第2回 10月23日（火）～25日（木）の3日間

※研修時間は、午前9時30分から午後4時30分まで

【場所】

あいち産業科学技術総合センター

産業技術センター（刈谷市恩田町1丁目157-1）

【内容】

3次元CADであるCATIAの基本的な操作技術の実習（3次元設計の基礎技術の体験、習得）

【定員】5名×2回

（応募者多数の場合は、抽選とします）

【受講料】無料

【募集期限】10月1日（月）まで

<5軸加工専門コース>

【日時】11月6日、7日、8日、13日、14日の5日間

※研修時間は、午前10時から午後5時まで

【場所】あいち産業科学技術総合センター

産業技術センター（刈谷市恩田町1丁目157-1）

【内容】CAM技術、5軸加工機を用いた加工技術、検査技術の基礎講義と実習

【定員】5名

（応募者多数の場合は、抽選とします。）

【受講料】無料

【募集期限】10月1日（月）まで

※詳しくは、こちらをご覧ください。

<http://www.pref.aichi.jp/0000053820.html>

【申込先・問合せ先】

あいち産業科学技術総合センター

産業技術センター 自動車・機械技術室

電話 0566-24-1841 FAX 0566-22-8033

▶ 計測分析「工業材料の表面分析」に関する講演会を開催します！

当センターに整備された高度計測機器のうち、飛行時間型二次イオン質量分析、X線光電子分光及びオージェ電子分光による、工業材料の表面分析に関する講演会と施設見学を行います。是非、ご参加ください。

【日時】平成24年10月5日（金）13:30～17:00

【会場】あいち産業科学技術総合センター 講習会室
（豊田市八草町秋合1267-1）

リニモ「陶磁資料館南駅」下車すぐ

【内容】講演会

- ・TOF-SIMSによる工業用材料表面の組成解析
- ・X線光電子分光（XPS）、オージェ電子分光（AES）による表面分析応用事例

【定員】100名（申込み先着順） 【参加費】無料

【申込み】要申込み

※詳しくは、こちらをご覧ください。

<http://www.aichi-inst.jp/other/seminar/>

【問合せ先】

あいち産業科学技術総合センター

共同研究支援部 計測分析室

電話 0561-76-8315 FAX 0561-76-8317

▶ 「クルマ未来博2012」への出展者を募集しています！

次世代自動車に関する製品、部品、サービス、研究成果等の発表、実車両の展示・走行デモ、企業商談会等を一体的に行う「クルマ未来博2012」の開催にあたり、出展企業、団体を募集しています。

【開催日】11月16日（金）～18日（日）

※16日はプレスデー

【場所】愛・地球博記念公園（モリコロパーク）

【募集内容】(1)技術展示(2)車両展示・走行デモ、

【申込期限】9月28日（金）

【出展料】無料（運搬費等は自己負担となります。）

※詳しくは、こちらをご覧ください。

<http://www.kurumamirai.com>

※当サイトから直接申し込みが可能

【問い合わせ先】

（株）中日アド企画（事業受託実施事業者）

電話 052-239-1226