

機器・分析技術研究会 2026 鹿児島大学

口頭発表要旨集

発表日時：9 月 11 日(金)9:30-15:40

発表会場：共通教育棟 1 号館 111 講義室

目次

O0020	既存装置の状態をリアルタイムでモニタリング ～AI を活用して様々な装置を管理する～	
	千葉 寿（岩手大学）	1
O0033	分子科学研究所クリーンルームにおける施設運用の DX 化と機器開発	
	豊田 朋範（分子科学研究所）	3
O0038	LoRa を用いた既存通信インフラ非依存型データ伝送および現場コミュニケーションシステムの開発	
	古舘 守通（岩手大学）	5
O0037	質量分析における TEMPO 誘導体のイオン化の挙動について	
	尾山 公一（名古屋大学）	7
O0101	F-19 固体 NMR exchange 測定によるフッ素含有分子混合系の近接評価 — 1D MAS・溶液 NMR・mixing time 依存測定の比較 —	
	安東 真理子（東北大学）	9
O0105	AI コーディング支援を用いた共用分析機器の利用者支援ツールの試作～RAG 型チャットボットと初回講習シミュレーターの内製事例～	
	矢崎 大介（北海道大学）	11
O0025	高強度・高減衰能材料評価のための内部摩擦測定装置の改良	
	玉岡 悟司（名古屋工業大学）	13
O0035	放射光 X 線イメージング画像解析による多孔質材料の密度評価	
	藤崎 聡美（岩手大学）	16
O0136	XRD によるセメント試料の定量分析	
	江村 望（長岡技術科学大学）	18
O0093	FIB 加工において非導電性試料のチャージアップ解消と応用	
	松原 孝至（名古屋工業大学）	20
O0110	二種の鉄鋼スラグを資材とするジオポリマーの作製と物性調査	
	加賀谷 史（秋田大学）	21
O0148	レーザー／プラズマ集束イオンビーム加工観察装置（ Laser PFIB） Helios 5 Laser Hydra および透過型電子顕微鏡（S/TEM） Talos F200X G2 の整備と運用状況	
	松本 大輝（核融合科学研究所）	23

既存装置の状態をリアルタイムでモニタリング ～AI を活用して様々な装置を管理する～

○千葉 寿^{a)}, 古舘 守通^{a)}, 紺野 亮^{a)}, 藤崎 聡美^{a)}, 豊田 朋範^{b)}

^{a)}岩手大学 理工学系技術部, ^{b)}分子科学研究所 技術推進部

1. はじめに

日本では大学や研究機関への研究費が大幅に削減されており、それに伴って研究人材の確保や設備への投資にも大きな影響が生じている。このような状況の中、限られた研究開発費を有効に活用し、研究設備への重複投資を避けながら、最先端の研究を推進していくことが求められている。

このような背景のもと、全国の大学を中心に機器の共同利用を促進する「コアファシリティ事業」が進められているが、各大学や研究機関に配備された研究機器を最大限に活用できるよう機器の稼働状況を常に把握し、多くの研究者が必要なときにスムーズに利用できる環境整備も進められている。

本報告では距離的に離れた各キャンパスや学部を越えた実験室などに点在する装置の稼働状況を一括でリアルタイムにモニタリングすることを目的に開発したシステムを紹介する。

2. システム概要

図1に装置稼働状況をリアルタイムにAI判定するシステムの概略図を示す。システムは大きく分けて全体を制御する機能をもつ「ラズベリーパイ5」と装置の状態をモニタリングするカメラ、AIにより状態を判別する機能を持つLLMから構築される。ここでは例として監視対象とする機器は実験装置の制御盤とする。制御盤には警報ランプが複数個あり、そのランプ位置や色によって警報の種類を通知する仕組みとなっており、そのランプを監視カメラにより常時監視する。

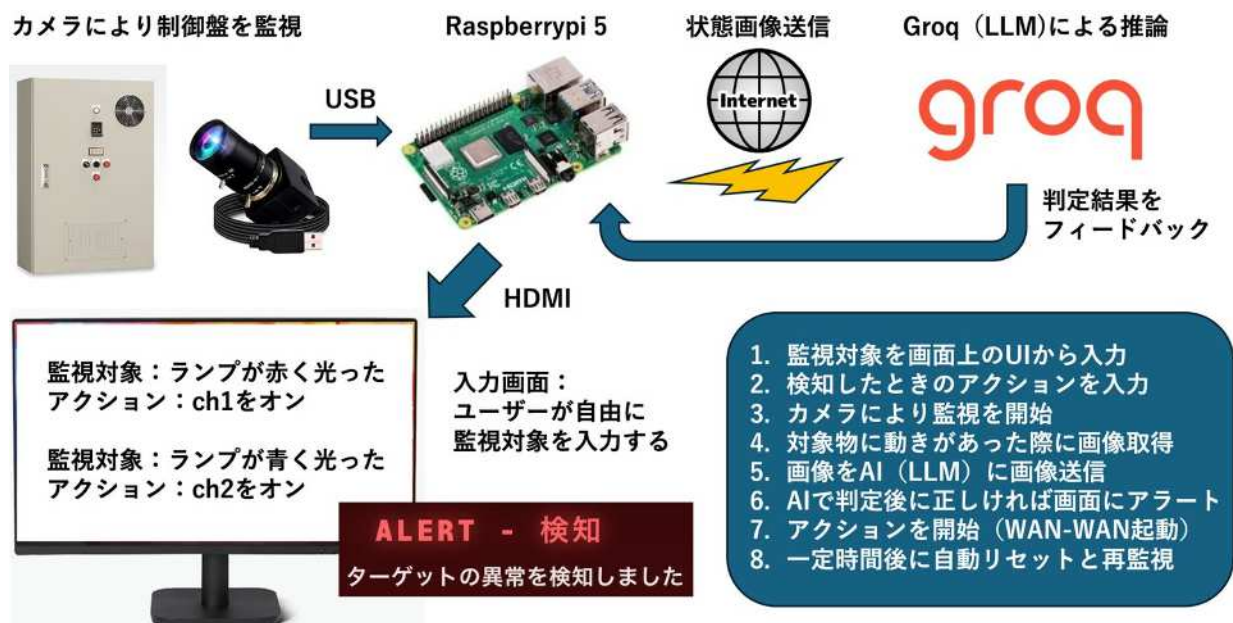


図1 AI 判定システムの概略図

実験装置や分析装置にはさまざまな種類のランプや状態がある（表 1, 2）ため、これまではその装置ごとにカスタマイズし専用監視システムのような装置が必要であった。本監視システムの特徴は、どのような装置でも監視対象として設定画面上（図 1）からユーザーがキーワードを入力するだけで状態監視を開始できる点にある。これは監視カメラになんらかの動きがあった際に直ちに連続的に複数の画像を取得し、クラウド上にある LLM に送信し判定する機能を実装することで可能となった。

表 1. 監視対象とその動作例（パトライト）

監視対象の色	アクション	動作
赤	ラズベリーパイの 1 番ピンをオン	WAN-WAN を起動
黄色	ラズベリーパイの 2 番ピンをオン	メールを送信
緑	ラズベリーパイの 3 番ピンをオン	通常運転



カメラ

表 2. 監視対象とその動作例（圧力計）

監視対象の目盛	アクション	動作
0.2 以下になった	ラズベリーパイの 1 番ピンをオン	WAN-WAN を起動
0.5 以上になった	ラズベリーパイの 2 番ピンをオン	メールを送信
0.8 以上になった	ラズベリーパイの 3 番ピンをオン	大音量ブザー



この仕組みを応用すると、それぞれの装置が現在使用中なのか待機中なのか、また何かトラブルが発生している状態なのかを識別できるようになる。Wi-Fi を通じてサーバーに送信する、WAN-WAN^[1, 2]を活用するなどすれば装置の早期メンテナンスや待機時間を削減する目的で有効活用できる。

また、本研究会の特別企画として「機器共用・研究支援におけるデータ活用ワークショップ～現場データの見える化とデータ基盤事業との連携の進め方～」が開催される。

<https://study.eqnet-portal.jp/archives/session/20260910>

【この目的として「現在、大学の機器共用や研究支援の現場では、データを活用した研究環境の高度化が求められています。しかし、現場の職員にとっての「データ」は、依然として装置の出力結果にとどまっているのが実情です。この状況を変えるためには、装置データに加え、「稼働状況」や「利用者情報」といった情報を整理し、研究支援に活かしていく視点が必要です。】とある。

このような視点からも既存の装置に後付けで装置の DX 化を進める機器の利用が今後必要になってくると考えられる。

3. まとめ

本報告では装置の稼働状況や警報状態をリアルタイムでモニタリングするシステムを紹介したが、同時に稼働時間と待機時間をログとして出力する機能もある。これをエクセル等とリンクすることで機器利用データとして活用し装置の効率的な運用にも貢献できると考えている。またドメインの取得等、汎用的なサーバー機能を有するため PC の他、スマホ等からでも ID とパスワードにより遠隔アクセスも可能であるためリアルタイムでの状況確認が可能である。

参考文献

- [1] 特許第 734126 号（千葉寿，古舘守道，藤崎聡美，豊田朋範）
- [2] 警報システム HP (<https://wan-wan.tech.iwate-u.ac.jp/>)

分子科学研究所クリーンルームにおける施設運用の DX 化と機器開発

○豊田 朋範^{a)}、千葉 寿^{b)}、古舘 守通^{b)}、藤崎 聡美^{b)}、
木村 和典^{a)}、松尾 純一^{a)}、

^{a)}分子科学研究所 技術推進部、^{b)}岩手大学 理工学系技術部

1.はじめに

2020 年 4 月に稼働を開始した分子科学研究所 C 棟クリーンルーム(以下「クリーンルーム」)は、整備段階から DX 化を推進し、遠隔制御や異常事態発生時の早期・広範な通知を実現して、ユーザーやスタッフの安全性や利便性向上に大きく寄与している。

最近では、FFU(Fan Filter Unit)の風量自動制御をはじめとする夜間や休日など未使用時の消費電力削減や、イエロールーム照明消し忘れ対策など、電気料金の高騰や「現場あるあるミス」の対策を中心に展開を進めている。本稿ではこれらを中心に、クリーンルームにおける施設運用の DX 化と、関連する機器開発や測定事例を報告する。

2.クリーンルームにおける DX 化の推進

クリーンルームの清浄度の要である FFU(Fan Filter Unit)、外気を取り込む給気ファン、ドラフトの排気風量は、我々が共同開発した LoRa(Long Range)無線モジュールと ARM マイコンを集約した LoRa 版コア基板(図 1)を中心に構成した制御ユニット(図 2)で構成し、制御やステータス取得の遠隔操作を実現している。

また、窒素やアルゴンガスのボンベ圧力の低下、パーティクル量の増加、RIE(Reactive Ion Etching：反応式イオンエッチング)のフッ素ガス漏洩など、クリーンルーム設備使用時の条件悪化や非常事態を様々な手段で通知する警報システムは、我々が共同開発し、特許¹⁾を取得した WAN-WAN(Wireless Area Network for Wide Area Notification)で構築し、ユーザーやスタッフの安全性や利便性の向上に大きく寄与している。

近年、夏季の気温上昇と電気料金の高騰が著しい。また、奥まった位置にあるイエロールームにおいて、たびたび照明の消し忘れが発生する。このような施設運用の根幹の改善や「現場あるあるミス」対策は、スタッフの人力・手作業による確認や対処では限界がある。我々は、

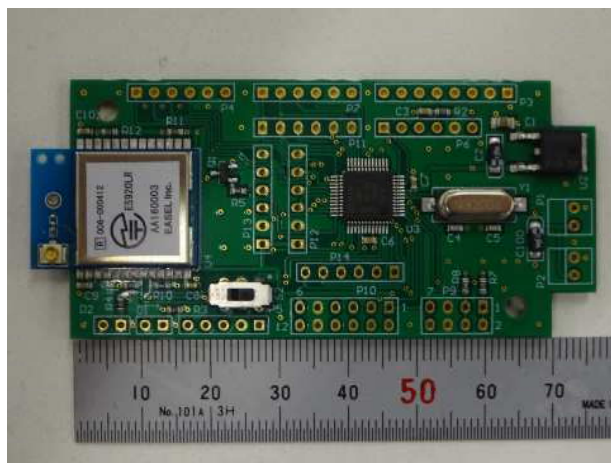


図 1：共同開発した LoRa 版コア基板

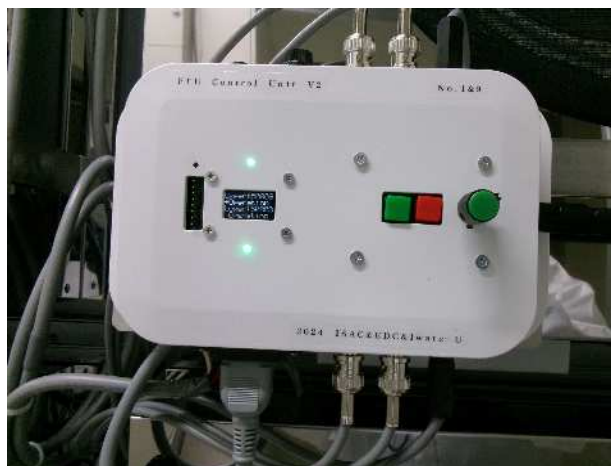


図 2：LoRa 版コア基板を中心に構成した制御ユニットの例 (FFU 制御ユニット V2)

これまでの開発と運用成果を基盤として、スタッフの手間や負担を削減し、効率的に施設を運用する対策を講じている。

3.LoRa 通信とリアルタイムクロックを用いた風量・差圧自動制御システムの開発

クリーンルームは 24 時間同じ風量と気温湿度で稼働しているが、実際の年間の運用時間は 1/3 程度と試算される²⁾。言い換えれば、2/3 は未使用であるにもかかわらず、FFU や給気ファン、空調を定格で運用していることであり、省エネルギーの観点から無視できるものではない。断続的な制御ユニットの改修により、FFU と給気ファン、ドラフトの LoRa 通信を用いた遠隔制御が可能となったことを受けて、これら制御ユニットを統括するマスターユニット V2 の開発に着手した。

マスターユニット V2 は、時計とカレンダーを内蔵し、電池によるバックアップも可能であるリアルタイムクロックを導入する。これにより、平日夜間や休日は原則 FFU や給気ファンの運用を抑え、施設の消費電力削減の一步となることが期待できる。

これまでの開発により、LoRa 通信を用いた FFU 制御ユニットの一斉制御により、FFU の風量を抑制すると同時にクリーンルームの差圧を最低限維持する両立が可能であることを実証できた(図 3)。また、リアルタイムクロック制御も確認できた。引き続きマスターユニット V2 の開発を進めている。

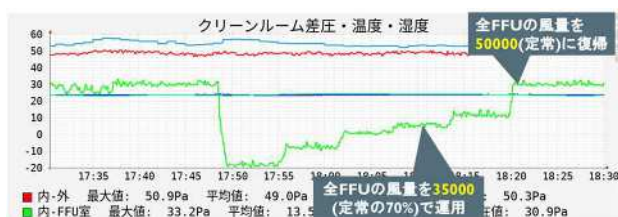


図 3 : LoRa 通信を用いた FFU と差圧制御の例

4.CdS セルを用いたイエロールーム照明の遠隔 OFF 制御の開発

クリーンルームにおいて露光などを行なうイエロールーム照明消し忘れが、スタッフの大きな負担となっている。光量の検出は様々なセンサがあるが、高精度が不要であれば、安価な CdS セルで十分である。しかしながら、CdS セルの光量検出は白色光を基準としており、イエロールーム照明の光量を検出できるかの検証が必要とされた。

我々は、シンプル版コア基板と CdS セルを用いた照度測定ユニットを試作し(図 4)、様々

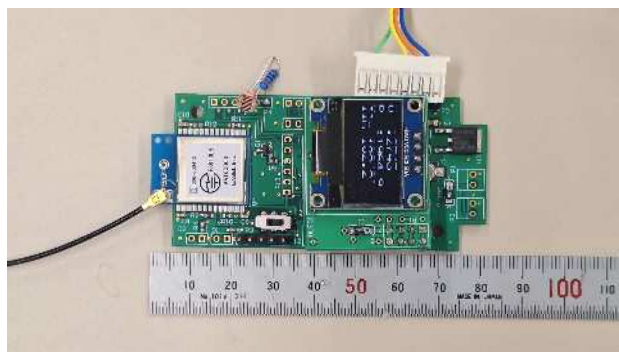


図 4 : 試作した照度測定ユニット

な条件でのイエロールーム照明の検出を検証した。結果、白色光より照度検出は低下するものの、照度検出は可能であることを実証した。これを基に、照度測定ユニットの開発を進めている。

参考・引用文献・特許情報

- 1) 特許第 6954530 号、特許第 7170260 号、特許第 7341426 号
- 2) 豊田朋範他、「クリーンルームにおける効率的な運用と省エネルギー化の試み」、第 48 回生理学技術研究会、発表番号 O-06(2026 年 2 月)

LoRa を用いた既存通信インフラ非依存型データ伝送 および現場コミュニケーションシステムの開発

○古舘 守通^{a)}、千葉 寿^{a)}、藤崎 聡美^{a)}、豊田 朋範^{b)}

^{a)}岩手大学 理工学系技術部、^{b)}分子科学研究所 技術推進部

1. はじめに

遠隔地にある機器の状態を把握する際、一般的にインターネットや携帯電話網などが利用される。しかし、このような既存の通信インフラが存在しない場所では、状態の把握のために現地まで赴く必要があり、計測データを転送することもできなかった。さらに、通信インフラが途絶した状況では、現場間で相互に連絡を取ることも不可能であった。これを解決するため、省電力・長距離の無線通信技術である LoRa を用い、遠隔地で取得したセンサーデータをインターネット上のサーバへ集約することを主眼とし、あわせて、既存の通信インフラがない環境でも現場同士で直接データやメッセージをやり取りできるシステムを開発した。本システムは、2022 年の機器分析技術研究会で報告した警報信号伝達システム¹⁾を、より汎用的な用途に拡張したものである。

2. システム概要

本システムは、制御部に Raspberry Pi Pico 2 W、無線部に EASEL 社製 LoRa モジュール(ES920LR)を用いる。また、取得・受信したデータ保存用の SD カード、フルカラーLED、DIP スイッチ、外部入力用の BNC 端子を備えている (図 1)。動作はプログラムにより変化するが、ハードウェアはすべて共通である。便宜上、データを送る側を PicoLoRa-A (以下、A)、受ける側を PicoLoRa-B (以下、B) とする。動作モードは大きく分けて次の 2 種類がある (図 2)。1 つ目は、遠隔地にある機器で取得したセンサーデータなどを A が受け取り、B に伝達して、インターネット上のサーバへアップロードするモードである。2 つ目は、2 台の PicoLoRa それぞれにスマートフォン等の端末を接続し、端末同士で直接データやメッセージをやり取りするモードである。各 PicoLoRa 間の通信は LoRa で行うため、既存の通信インフラを一切必要としない。いずれの場合も、取得・受信したデータは SD カードに保存される。

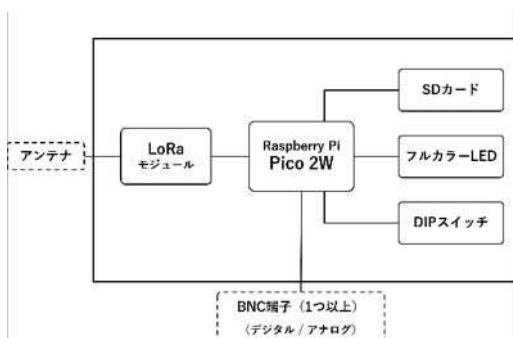


図 1. ブロック図

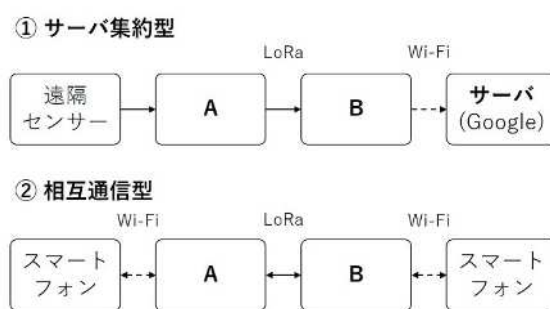


図 2. システム構成

3. 機能と特徴

本システムの主な機能と特徴を以下に示す。(1) データ伝送: センサー入力としてデジタル入力 (H/L)、アナログ入力 (AD 変換) などに対応。(2) 緊急時の相互通信: 既存の通信インフラがない環境でも、

A・BにスマートフォンなどをWi-Fiで接続することで、LoRaを介して相互にチャット可能。(3) 画像送信：低速ではあるものの画像の送信も可能である。送信時には送信時間を短縮するため、LoRaの設定を高速寄りに動的に切り替える。これは速度を優先して多少の不安定さを許容する設定であり、送信完了後は元の安定した設定に戻る。(4) サーバの活用：取得したデータはインターネット上のサーバへ送信できる。送信先にGoogleのサービスを利用すれば、サーバを自前で用意する必要がない。

4. 運用例・評価

本システムを岩手大学と岩山展望台の2箇所に設置して通信性能を確認した。両地点は約4.7km離れているが問題なく受信でき、そのデータをWebへアップロードできることも確認した。想定される利用シーンとしては、山間部や海上でのフィールド観測、農業分野でのモニタリング、災害発生時における現場と拠点間の連絡などが挙げられる。図3に、岩手大学と岩山展望台の距離と高低差を示す。

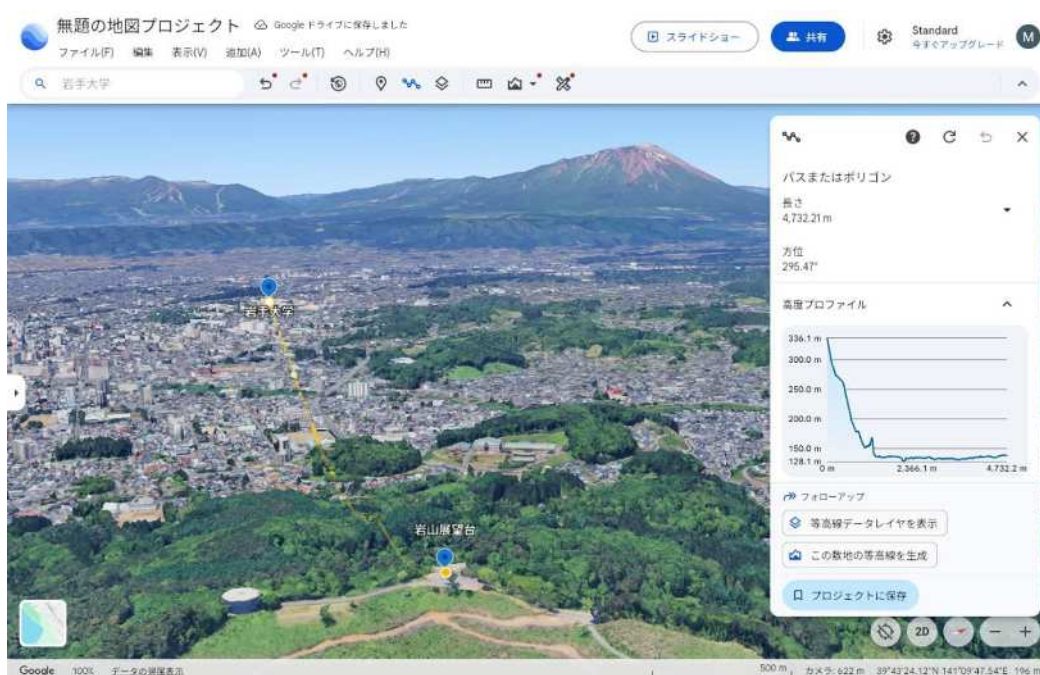


図3. 岩手大学と岩山展望台の位置関係（距離・高低差）

5. まとめ

既存の通信インフラに依存せずに、データの遠隔伝送と現場での相互通信を両立するシステムを開発した。安価な汎用マイコンと市販のLoRaモジュールで構成でき、取得したデータはインターネット上のサーバへも送信可能である。また、WAN-WAN(Wireless Alarm Network for Wide Area Notification)と連携して遠隔地の警報システムとしても利用可能である。今後は、通信の安定性の向上と操作性の改善を進める予定である。

参考文献

[1] 古舘守通他、「LoRa無線による長距離伝送システムの開発～警報信号を遠隔地に伝達する～」、機器分析技術研究会 大阪大学、ポスター発表 P48(2022年)

質量分析における TEMPO 誘導体のイオン化の挙動について

○尾山 公一^{a)}

^{a)}名古屋大学 物質科学国際研究センター 化学測定機器室

1. はじめに

名古屋大学物質科学国際研究センター化学測定機器室は全学共同利用施設で、有機化合物の構造解析や物性測定に必要な機器分析装置が設置されている。核磁気共鳴装置、質量分析装置 (MS)、電子スピン共鳴装置 (ESR)、円二色性分散計、旋光計、赤外分光光度計、紫外可視近赤外分光光度計、分光蛍光光度計、偏光ゼーマン原子吸光光度計、CHN 元素分析装置、単結晶 X 線構造解析装置が設置されていて、有機化合物を新たに合成したときに論文に載せるべき基本的なスペクトルデータの全てを揃えることができる。質量分析装置に関しては、6 台の装置が設置され (図 1)、サンプルに応じた様々なイオン化方法が使用可能である。ユーザーは、技術職員から利用講習を受けたのち自由に自分で装置を直接操作して、自分の研究にカスタマイズした測定を行うことができる。

TEMPO ラジカル (2,2,6,6-tetramethylpiperidine 1-oxyl) (図 2) は非常に安定な有機ニトロキシルラジカルで、古くから有機合成の世界では酸化剤として使用され、機器分析の世界では、ESR の標準サンプルとして使用されて来た。最近では、生体イメージングのプロブ、エネルギー貯蔵材料、摩擦調整剤など幅広い用途への応用研究が展開されている。このような背景から、低分子から高分子までの TEMPO 誘導体が、現在でも合成、研究され多数の論文が発表され続けている。一方、TEMPO ラジカルのイオン化の過程とイオン化方法に焦点を当てた系統的な質量分析の研究はなかった。発表論文を精査したところ、低分子化合物の EI の測定では電子が一つとれたカチオン $[M]^+$ が検出されることはよく知られていたが、FAB や ESI などの測定では、論文によって、あるいは同じ論文内でも検出されたと報告されているイオン種が、 $[M]^+$ 、 $[M+H]^+$ 、 $[M+2H]^+$ などとまちまちであり、イオン化の反応機構について

でも詳細は不明であることが分かった (図 3)。本報告では、7 種類のイオン化方法を用いて、TEMPO ラジカルの質量分析におけるイオン化挙動を調査した結果について報告する。



図 1. 化学測定機器室の質量分析装置

- A. JMS-700, JEOL (FAB-MS)
- B. JMS-T100GCV, JEOL (GC-EI-MS)
- C. JMS-T100GCV, JEOL (direct EI-MS)
- D. JMS-T100TD, JEOL (DART-MS)
- E. compact, Bruker (ESI-MS, APCI-MS, APPI-MS)
- F. ultrafleXtreme, Bruker (MALDI-MS)



2,2,6,6-tetramethylpiperidine 1-oxyl
TEMPO

図 2. TEMPO ラジカルの構造

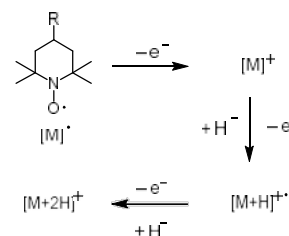


図 3. イオン化の反応機構

2. 結果と考察

TEMPO ラジカル誘導体 (**1–4**)を合成して、質量分析における有機ニトロキシルラジカル種のイオン化の挙動を調査した (図 4)。測定は、FAB、EI、DART、ESI、APCI、APPI および MALDI の 7 種類のイオン化方法を用いて実施した。イオン化方法、分子量、置換基、分子内ラジカル数、試料濃度、スキャン回数などの違いによる同位体パターンの変化を詳細に解析して、ラジカル種の検出に最適な測定方法とイオン化の機構について

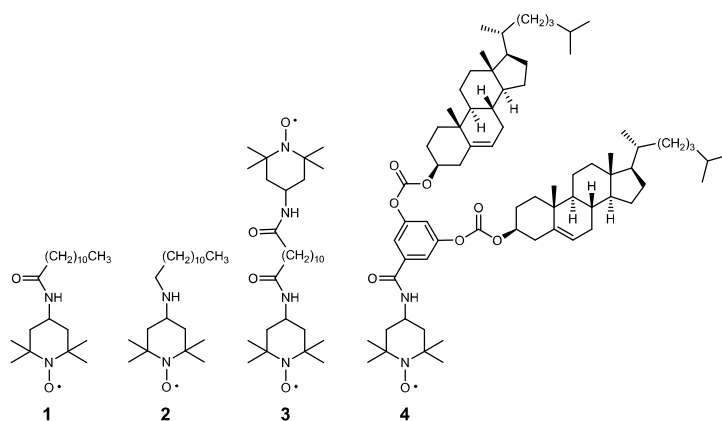


図 4. TEMPO ラジカル **1–4** の構造

考察した。FAB、ESI、APCI、APPI では、スキャン回数に依存して、イオン化反応が経時的に進行し検出されるイオン種が変化することが明らかとなった。これが理由で、TEMPO 誘導体の質量分析では論文によって報告されているイオン種が異なっていると考えられる。図

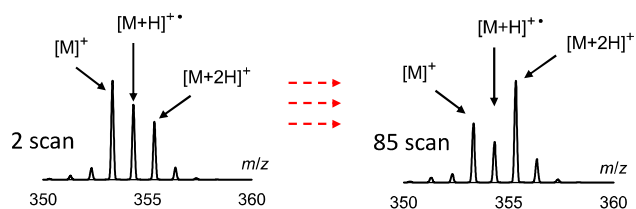


図 5. TEMPO **1** の FAB-MS 測定 (30 mg/mL in NBA)

5 に、高濃度サンプルのスキャン回数 2 回と 85 回の FAB-MS 測定の結果を示した。スキャン回数 2 回の時は、カチオン $[M]^+$ が主なイオン種として検出された。スキャン回数が増えてくるとマトリックス中での反応が進行して水素付加体のイオン種が徐々に増加し、スキャン回数 85 回では $[M+2H]^+$ が主なイオン種として検出された。

分子量が小さい試料ほど、分子イオンピーク $[M]^+$ が検出されやすい傾向が観測された。典型的なのは低分子の EI-MS 測定で、分子イオンピーク $[M]^+$ のみが検出された。分子イオンピーク $[M]^+$ の検出は、ラジカル種であることを示す証拠の一つと考えることができる。一方、分子量が大きくなるに従って、 $[M+2H]^+$ のような水素付加体のピークが観測されやすい傾向があった。水素付加体 $[M+2H]^+$ はニトロキシルラジカル($R_2N\cdot O\cdot$)とヒドロキシルアミン($R_2N\cdot OH$)の両方からイオン化反応を経て生成することが可能なので、これが観測されても測定試料がラジカル種かどうかを判断することはできない。FAB、ESI、APCI および APPI では、スキャン回数によって検出されるイオン種が変化した。EI、DART および MALDI では変化がなかった。分子量が小さい場合、分子イオンピーク $[M]^+$ の検出に最適なイオン化法は EI であることが分かった。分子量が大きい場合、MALDI 法が最も高い感度を示したが、分子イオンピーク $[M]^+$ は得られずに水素付加体のみが得られた。

3. 参考文献

K.-i. Oyama, S. Hor, M. Tsukamoto, H. Zhang, *J. Mass Spectrom.*, **2025**, *60*, e5122.

謝辞

本発表の TEMPO ラジカル の質量分析に関する研究は、名古屋大学大学院情報学研究科の塚本眞幸講師との共同研究として行われたものであり深く感謝いたします。

F-19 固体 NMR exchange 測定によるフッ素含有分子混合系の近接評価 ～1D MAS・溶液 NMR・mixing time 依存測定の比較～

○安東 真理子^{a)}

a) 東北大学 工学部 技術部

1.はじめに

フッ素含有化合物は、医薬品、機能性材料、環境関連物質など幅広い分野で利用されており、分子間相互作用や固体中での局所構造を評価することは重要である。 ^{19}F は天然存在比が高く、感度に優れることに加え、化学環境の変化を鋭敏に反映するため、フッ素含有分子の構造解析に有効な核種である。一方で、複数の CF_2 および CF_3 部位を有する試料では、1 次元スペクトルのみでは信号の重なりが大きく、個々のフッ素サイトの帰属や分子間近接の評価が困難となる場合がある。本発表では、フッ素含有分子混合系を対象として、 ^{19}F 1D MAS NMR、溶液 ^{19}F NMR、および固体 ^{19}F exchange 測定を組み合わせ、固体中におけるフッ素サイト間の近接評価を試みた結果について報告する。あわせて、当初検討した ^{19}F 直接励起型 2D ^{19}F - ^{19}F PDSO 測定から、装置構成およびパルスシーケンス上の制約を踏まえて homo-nuclear exchange 測定へ切り替えた経緯についても述べる。

2. 測定方法および測定条件の検討

固体 NMR 測定には、JEOL ECZL-600 を使い、1 mm ϕ F フリープローブにより ^{19}F MAS NMR 測定を行った。 ^{19}F 観測周波数は 564.73 MHz、MAS 回転数は 40 kHz とした。測定試料は、2 種類のフッ素含有分子の単独試料および両者の混合試料とした。まず、各試料について 1D ^{19}F MAS NMR を測定し、主な信号位置を確認した。また、溶液 ^{19}F NMR を併用し、固体スペクトルで重なって観測される CF_3 および CF_2 領域の帰属補助を行った。

当初、固体中での近接評価には ^{19}F 直接励起型の 2D ^{19}F - ^{19}F PDSO 測定を検討した。しかし、使用プローブでは ^1H と ^{19}F が同一 RF チャンネルから出力される構成であり、 $^1\text{H} \rightarrow ^{19}\text{F}$ CP や ^1H 照射を併用する DARR 型測定は適用が困難であった。また、既存の PDSO 用パルスシーケンスは CP 前提であり、CP を用いない ^{19}F 直接励起型としての適用は難しかった。そこで、装置メーカーに相談のうえ、echo を用いた homo-nuclear exchange 測定を適用した。本測定では、mixing time を変化させた際の ^{19}F 信号強度変化を pseudo-2D 形式で評価し、各 mixing time における 1D スライスと比較した。echo 条件は、preecho からの差分処理によりベースラインを調整し、1D echo 測定で位相を確認したうえで設定した。

3. 結果および考察

1D ^{19}F MAS NMR 測定の結果、混合試料では主に約-83.5 ppm、約-123.8 ppm、約-128.2 ppm 付近に信号が観測された。これらは、それぞれ末端 CF_3 、主として内部 CF_2 群、 CF_3 隣接 CF_2 に由来する信号と考えられた。ただし、 CF_2 領域では複数のフッ素サイトの信号が重なっており、固体 1D スペクトルのみから個々の CF_2 サイトを一意的に帰属することは困難であった。

溶液 ^{19}F NMR では、 CF_3 領域において単独試料由来の信号をある程度識別することができた。一方、 CF_2 領域では両試料由来の信号が大きく重なり、溶液 NMR を用いても個別 CF_2 サイトの完全な帰属には至らなかった (図 1)。この結果から、1D MAS NMR および溶液 NMR は官能基グループ単位の帰属

には有効であるものの、分子間近接を評価するには追加の測定が必要であることが分かった。

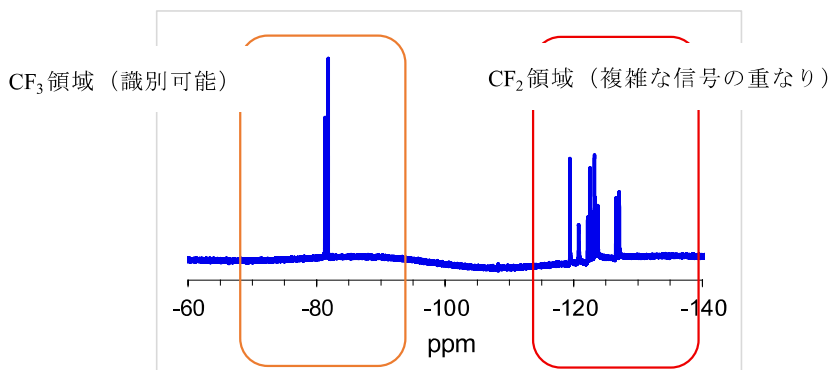


図 1 : F-19 溶液 NMR のスペクトル

そこで、homo-nuclear exchange 測定を試したところ、混合試料では、単独試料と比較して CF₂ 領域を中心に多数の mixing time 依存信号が観測され、信号強度も相対的に大きい傾向が認められた。この挙動は、混合試料中において新たな ¹⁹F-¹⁹F spin exchange または spin diffusion 経路が形成されている可能性を示唆する。特に、CF₂ 領域での変化が顕著であることから、フッ素鎖同士が固体中で空間的に近接している可能性が考えられる。

一方で、本測定は chemical shift-chemical shift 型の 2D 相関スペクトルではなく、mixing time に伴う信号強度変化を評価する exchange 測定である。そのため、特定の F サイト間の直接的なクロスピークを観測したものではなく、現時点で F-F 距離を定量的に算出する段階には至っていない。距離評価を行うためには、各 mixing time における CF₃ 領域および CF₂ 領域の積分強度を定量し、交換速度定数を見積もるとともに、単独試料との差分比較や既知距離系との較正が必要である。

4. 結言

本検討では、¹⁹F 1D MAS NMR、溶液 ¹⁹F NMR、および固体 homo-nuclear exchange 測定を組み合わせることで、フッ素含有分子混合系における信号帰属および固体中での近接評価を試みた。当初は ¹⁹F 直接励起型 2D ¹⁹F-¹⁹F PDSO 測定を検討したが、H/F 共用チャンネルの装置構成および既存パルスシーケンスの制約から、echo を用いた homo-nuclear exchange 測定を適用した。

1D MAS NMR および溶液 NMR により、CF₃ および CF₂ 領域の大まかな帰属が可能であった。さらに、homo-nuclear exchange 測定では、混合試料において単独試料とは異なる mixing time 依存の信号変化が確認され、フッ素サイト間の新たな spin exchange 経路の存在が示唆された。

本測定は、特定サイト間の距離を直接決定するものではないが、装置構成に制約がある場合でも、測定条件やパルスシーケンスを工夫することで、フッ素含有混合試料における固体中の近接評価に有用な情報が得られることを示した。今後は、各 mixing time における領域積分解析を行い、単独試料および混合試料間での強度変化を定量的に比較することで、混合試料に特有の exchange 成分をより明確に評価する予定である。

5. 謝辞

本測定で使用した homo-nuclear exchange 用パルスシーケンスの作成にあたり、株式会社日本電子 西山裕介氏に多大なるご協力をいただきました。ここに深く感謝申し上げます。

AI コーディング支援を用いた共用分析機器の利用者支援ツールの試作 ～RAG 型チャットボットと初回講習シミュレーターの内製事例～

○矢崎 大介

北海道大学技術連携統括本部

1.はじめに

共用分析機器の運用では、初回講習、測定支援、解析支援、問い合わせ対応といった利用者支援業務が装置管理者に集中しやすい。筆者の 2025 年度の対応実績を集計したところ、記録に残る初回講習は約 75 時間、測定・解析支援は約 250 時間で、計約 325 時間であった。この集計には短時間の問い合わせ対応を含まないため、実際の対応時間はこれを上回る。これらは運用に不可欠な業務である一方、基本操作の説明やよくある質問への対応など、反復的な内容も多い。本取り組みでは、こうした反復的な説明や既存資料の参照で対応できる部分を支援対象とした。

従来、このような支援ツールの内製は、プログラミングの専門教育を受けていない技術職員にとって現実的な選択肢とは言い難かった。近年の AI コーディング支援ツールの実用化により、この前提は変わりつつある。そこで支援システムの構成要素としての AI (検索拡張生成 [RAG] による回答生成) と、開発手段としての AI (コーディング支援) の双方を用い、RAG 型チャットボットと初回講習シミュレーターを装置管理者自身が試作した。本発表では、システムの構成と、基本機能が動作する試作版の構築に要した工数、および直面した課題を報告する。

2.支援システムの全体構成

試作したシステムは、(1) マニュアルや FAQ に基づき問い合わせに回答する RAG 型チャットボット、(2) 実機使用前に標準測定手順を疑似体験できる初回講習シミュレーターの 2 要素を本体とし、確認テストと受講履歴の記録・確認には、大学が管理する Google Workspace 環境の Google フォームを用い、回答データへのアクセスを装置管理者に限定する。安全や装置破損に関わる相談、講習範囲外の利用可否判断は自動化の対象とせず装置管理者への連絡・申請に誘導することとし、利用者の自己解決支援と一次対応の補助を狙いとした。

3.RAG 型チャットボット

チャットボットは Web アプリケーションとして実装した。利用者は装置と言語を選択したうえで、症状のカテゴリから決定木をたどって原因候補を絞り込む。決定木で解決しない場合に限り、装置ごとに登録したトラブル事例や FAQ を検索し、その内容に基づいて大規模言語モデル (LLM) が回答を生成する。誤答リスクを低減するため、登録事例に該当しない質問や安全上のリスクを示す語句を検知した場合は回答を生成せず、装置管理者への連絡に誘導する。外部サービスで扱う情報は本学で規定されている機密性 1 相当 (個人情報や未公開研究情報を含まない情報) に限定し、その旨を利用画面上で明示している。知識ベースは管理画面から直接編集でき、版履歴の保存・復元と利用ログの収集にも対応する。ラマン顕微鏡、ICP 発光分光分析装置など複数装置・複数施設への適用を想定した構成である。

4.初回講習シミュレーター

初回講習シミュレーターは、ラマン顕微鏡を対象として、ブラウザ上で標準測定手順を疑似体験できる教材である (図 1)。装置本体の操作は 3D モデル、制御ソフトウェアの操作は実際の画面と注釈付きのクリック領域で表現し、両者を同一の進行エンジンで切り替えながら、装置の起動から Si 標準試料による波数校正までを約 80 ステップで学習する。手順・文言・許可範囲は JSON ファイルで定義してお

り、教材内容はプログラムを変更せずに更新できる。日本語・英語表示に対応する。



図 1. 初回講習シミュレーターの操作画面

5.AI 支援による開発の実際

開発は、AI コーディング支援ツール（Claude Code、Codex）を用いて装置管理者自身が行った。着手時点での筆者は Python の基礎知識を有する程度で、Web 開発は未経験であった。本システムでは Next.js、Three.js、MongoDB を用いている。開発期間はチャットボット、シミュレーターともに通常業務と並行して約 2 週間であった。実装に加え、教材の手順記述や FAQ の初稿も AI で生成し、筆者が確認・修正した。両ツールの基本機能が動作する試作版を構築するまでに要した筆者の実働時間は、合計約 20 時間であった。なお、チャットボットは運用開始後も新たな事例や FAQ を逐次追加・更新するため、継続運用を含む総工数は算定していない。ホスティング等の外部サービスは試作時点で無償利用枠内であり、新たに発生した費用は AI コーディング支援ツールの利用料のみである。

実践を通じて有効であった点は次の 3 点である。(1) プロジェクトの前提・制約・命名規則を定義ファイルに記述した。(2) 教材の手順や文言を JSON として外部化し、仕様変更をコードの変更から切り離した。(3) 動作確認の手順を都度定めたうえで実装を依頼し、生成されたコードを実行して検証した。

一方で、エラーの原因特定にはコードを読める程度の理解が必要であるなどの課題も明確になった。特に、利用者の安全に関わる案内を含むシステムであるため、安全上のリスクを示す語句の検知や範囲外質問への回答抑止といったリスク低減策、および教材が示す操作手順については、生成結果をそのまま採用していない。教材は筆者が撮影した装置写真とマニュアルを素材として AI で初稿を生成し、全項目を装置管理者である筆者が実機と照合して確認した。

6.期待される効果と今後の課題

本システムにより、反復的な問い合わせや初回講習に要する時間の削減、講習内容の標準化、対応品質の均一化が期待される。効果の検証では、導入後の利用ログと装置管理者の対応記録を用い、可能な範囲で対応時間や問い合わせ件数の変化を確認する。

今後は、実利用を通じた効果検証を進める。また、AI 生成コードの長期保守体制の確保は、内製を継続するうえでの課題である。本試作は、AI コーディング支援が Web 開発未経験の装置管理者による迅速なツール試作を可能にすることを示唆する一方、安全性と保守性の確保には専門知識に基づく継続的な検証が必要である。

謝辞

本発表は、若手奨励金制度の支援を受けています。機器・分析技術研究会 2026 鹿児島大学実行委員会と協賛企業の皆様、また構築にご協力いただいた北海道大学の技術職員の皆様に感謝申し上げます。

高強度・高減衰能材料評価のための内部摩擦測定装置の改良

玉岡 悟司

名古屋工業大学 技術部技術課

1.背景

県内の某自動車メーカーより、自動車部品の硬度不足に起因する不良品検出方法の再検討に関する相談を受けた。現状では、対象部品の不良品判別にはビッカース硬度試験が採用されており、製造ロットから抜き取り検査を実施して、基準を満たさない場合には当該ロットを一括廃棄する方式が採られている。しかし「良品を含めた過剰廃棄による損失」「抜き取り検査では不良品が見逃される可能性」「試料加工に伴う作業負担および人件費の増加」という課題がある。相談者からは、可能であれば全品検査を非破壊で実施して、不良品のみを選別可能な評価手法の確立が求められた。こうした背景から、内部摩擦測定による非破壊の不良品検出手法の適用について検討を行った。内部摩擦は、材料に与えられた振動エネルギーの一部が熱エネルギーとして散逸する現象であり、結晶欠陥や転位運動など微視的組織変化に敏感であるため、機械的特性や内部欠陥などの非破壊評価に有効な手法である。

2.目的

本研究では、既存の内部摩擦測定装置を改良して、高強度かつ高減衰能を有する自動車部品について、内部摩擦の振幅依存性を測定可能にすることを目的とした。得られた内部摩擦の振幅依存性データから微小塑性変形領域の応力-ひずみ曲線を算出し、非破壊による不良品検出手法の確立を目指した。

3.内部摩擦測定装置の改良

既存の内部摩擦測定装置は、共振法（自由端横振動法）を用いて内部摩擦を測定するものである。Fig.1に示すように試料両端に鉄片を接着して、振動モードのノード（節）の位置でタングステンワイヤーにより懸架する。駆動コイルから鉄片に交番磁場を印加することで試料を励振させ、その減衰挙動から対数減衰率 δ を算出することによって内部摩擦を測定する。

試料に作用する磁気駆動力 $F(t)$ は、式(1)に示すように静磁場 B_0 と交番磁場 $B_1(t)$ の積に比例するため、①静磁場 B_0 の増強および②交番磁場 $B_1(t)$ の増強により、試料の振動振幅を増大することができる。

$$F(t) \propto B_0 \cdot B_1(t) \quad (1)$$

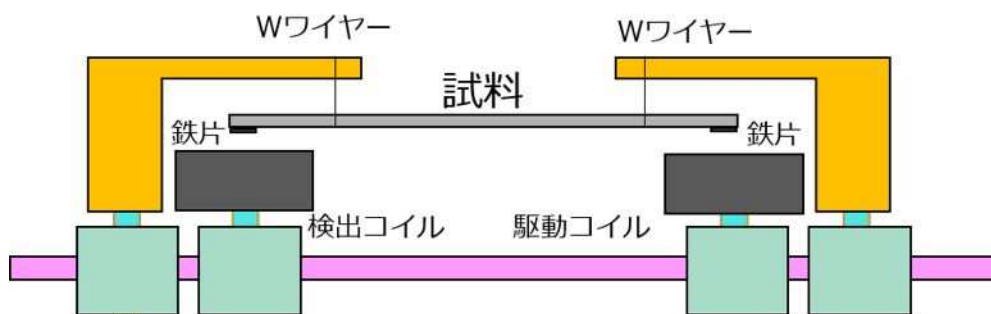


Fig.1 内部摩擦測定装置の測定系概念図

3.1 静磁場の増強

はじめに静磁場を増強する方法として、駆動コイルを構成しているフェライト磁石（約 50mT）をネオジウム磁石（約 400mT）に置換する方法を試みた。しかし磁場強度が過大であったため、試料端部の鉄片が瞬時に磁石に吸着し、Fig.1 に示すようなタングステンワイヤーによる懸架が不可能であった。次にフェライト磁石へ小型ネオジウム磁石を部分的付加する方法を検討した。磁力計による測定では、磁場強度の増加は確認できたが、磁束分布が不均一となったために振動励起効率が低下することが判明した。以上の結果から、静磁場の増強は実用的な手法ではないと判断した。

3.2 交番磁場の増強

次に交番磁場の増強を試みた。駆動コイルの磁束密度 B は式(2)のように表すことができる。

$$B = \mu \frac{NI}{L} \quad (2)$$

ここで μ は透磁率、 N はコイル巻数、 I は電流値、 L はコイル長である。式(2)より、現行装置の構成を維持したまま実験的に変更可能なパラメータは電流値 I であることがわかる。コイルに印加する電流は発信器から出力される交番電流であるため、市販のオーディオアンプ（50W×2）を用いて電流値を増幅することにした。交番磁場を増強した結果、磁気駆動力の増加が確認された。しかし過電流による駆動コイルの発熱が課題となるため、コイル温度を熱電対で連続監視することとした。さらにアンプの増幅率制御および通電時間を制限することにより、コイル温度を 100℃以下に維持するようにした。

4. 実験結果

オーディオアンプによる増幅の有無について、内部摩擦の振幅依存性を比較測定した結果を Fig. 2 に示す。アンプ未使用時の最大歪振幅 $\epsilon_{\max}$ は 6×10^{-5} であったのに対して、アンプを用いて増幅した場合には $\epsilon_{\max}$ は 1×10^{-4} で約 1.7 倍となった。図から明らかなように、 $\epsilon_{\max}$ が大幅に拡大したことにより、浅野[1]が提唱する現象論的モデルによるフィッティング解析が可能となった。

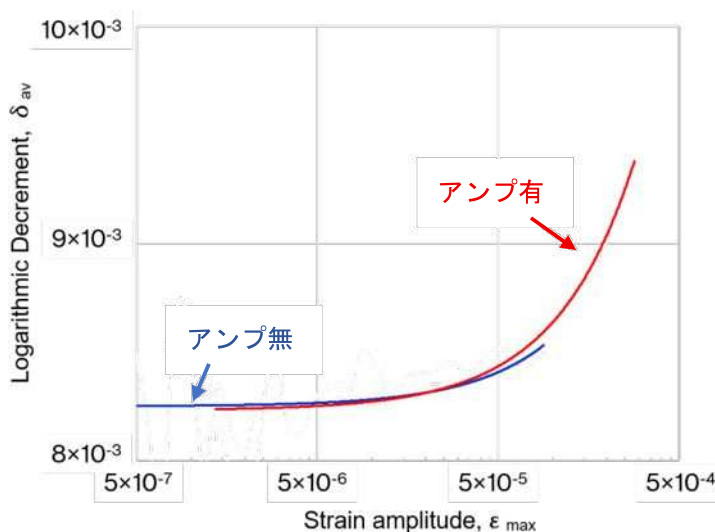


Fig. 2 供試材の内部摩擦の振幅依存性データの比較

5.考察

Fig. 2 からわかるように供試材の平均対数減衰率 δ_{av} は 10^{-2} のオーダーを示しており、供試材が高減衰能材料に分類されることが確認された。一般に、高減衰能材料は振動エネルギーが熱エネルギーに変換される傾向が顕著であるため、高ひずみ領域の安定した振動状態を維持することは困難である。そのため、現行の内部摩擦測定装置では内部摩擦の振幅依存性の評価範囲が制限されて、顕著な振幅依存性を検出することができなかった原因が、高減衰能材料に対する振動振幅不足にあったことを裏付ける結果となった。

今回の装置改良によって、内部摩擦の振幅依存性測定可能範囲を大幅に拡大することができた。その結果、従来では評価が困難であった微小塑性変形領域までの内部摩擦変化を取得することが可能となり、内部摩擦の振幅依存性から明瞭な応力-ひずみ曲線を導出することができた。

また、本研究対象である高強度かつ高減衰能を有する自動車部品において内部摩擦変化を高精度に検出できたことは、本手法の有用性を示す重要な成果と言える。従来のビッカース硬度試験では硬さ評価は可能であるが、微小変形過程における力学的応答を詳細に評価することは困難である。一方、本手法では内部摩擦の振幅依存性を活用することで、硬さ試験では取得できない微小塑性領域における応力-ひずみ特性を非破壊的に評価することが可能となった。

内部摩擦法による応力-ひずみの評価は、弾性変形領域における厳密な材料定数の決定には一定の制約が存在するものの、不良品検出や品質保証の観点から言えば、微小塑性変形挙動の差異を高感度に検出できる点は大きな利点となる。さらに本手法は非破壊評価が可能であるため、将来的には自動車部品の全数検査への適用も期待できる。

6.まとめ

内部摩擦測定装置の改良として、交番磁場の増強を目的として出力アンプの導入を行い、熱暴走を抑制しながら振動振幅の増大を実現した。その結果、高強度かつ高減衰能を有する自動車部品（供試材）の内部摩擦の振幅依存性測定が可能となり、現象論的モデルを用いた微小塑性変形領域における応力-ひずみ曲線の算出に成功した。本手法は、高硬度かつ高減衰能を有する材料の非破壊評価および不良品検出への応用の可能性を示しており、将来的な自動車部品の全数検査技術の実現に向けた新たな試験技術として有望である。今後は良品と強度不足の不良品について、内部摩擦の振幅依存性と応力-ひずみ曲線を比較して不良品検出指標としての有効性について検証していく予定である。

文献

[1]浅野 滋：内部摩擦の振幅依存性と微小塑性の現象論，日本金属学会会報，20 (1981)，21–28.

放射光 X 線イメージングデータの画像解析による多孔質材料の密度評価

○藤崎 聡美^{a)}、河野 裕一^{b)}、宮原 英隆^{c)}、万福 和子^{c)}、田沼 萌^{a)}、
水戸谷 剛^{b)}、鈴木 正哉^{c)}、吉本 則之^{d)}

^{a)}岩手大学 理工学系技術部、^{b)}東日本機電開発株式会社、^{c)}産業技術総合研究所、^{d)}岩手大学 理工学部

1.研究の背景と目的

2019 年に NEDO が行った調査¹⁾により、日本国内で廃棄されている熱資源の 8 割弱が 200 °C 以下の低温熱であり、回収されている熱の大部分は 200～500 °C の高温熱であることが示された。この課題に対し、産業技術総合研究所は、多孔質材料「HASClay®」(以下 HASClay)²⁾を開発した。HASClay は 100 °C 以下の低温熱を繰り返し回収・利用できる蓄放熱材料ともいえる。東日本機電開発株式会社(岩手県盛岡市)は、HASClay を用いて地域の未利用熱を回収・利用する「地域熱エネルギー循環システム」³⁾を開発している。回収した熱は、冬期のビニールハウス用暖房等への利用検討がなされている。

HASClay の蓄放熱性能を持続させ、かつさらなる性能向上を目的としていることから、そのために必要な水蒸気の内部挙動を把握するため、我々は令和 3 年度から HASClay の内部状態を非破壊で観察できる「放射光 X 線イメージング測定 (CT 測定)」を行っている。

測定の結果、HASClay 内部において密度に差のある領域の存在が判明したものの、その密度算出には困難が伴った。そこで数種のファントム材も測定し、再構成後のグレイ値(以下 CT 値)や組成比・既知密度の総合的な解析によって、蓄放熱による HASClay 内部の微細な密度変化をとらえることに成功した。本報告では、この密度算出方法について紹介する。

2.実験条件

2-1.測定した HASClay について

HASClay は、GI と呼ばれる蓄放熱性能の高いものと、GII と呼ばれる農業用ハウスなど高湿度条件下での利用に適するものがあり、GI・GII 共に粉末状態と造粒体の 2 種のタイプ⁴⁾がある。本実験において、蓄放熱状況下にさらしていないものを「未使用品」、高温水の吸着と高温での乾燥を繰り返す過酷な蓄放熱状態を繰り返したものを「強制劣化品」と定める。

2-2.放射光 X 線イメージング測定について

本実験は、九州シンクロトロン光研究センター(以下 SAGA-LS)の BL07 第 2 実験ハッチで行った。最大視野角が 2 mm(H)×2 mm(W)であるため、HASClay の造粒体を外径 2 mm のチューブに入るよう成形したのち 4 水準の吸湿状態にした。測定中に水分の吸着・脱離が起きないようにポリプロピレンチューブに封じたものを測定に用いた。

撮影は 1000 枚 / 360 °で、測定は 11 keV 及び 15 keV で行った。測定後のデータは、SAGA-LS の米山氏が開発した SAKAS⁵⁾を用いた再計算後、ImageJ-Fiji で再構成および解析を行った。

また、HASClay の密度算出に向けたファントム材には Al₂O₃ 及び SiO₂、H₂O を選択した。測定時は、これらファントム材もポリプロピレンチューブに入れた。

2-3.組成算出について

HASClay の組成は SEM-EDS 観察で導出した。HASClay は粉末の押出成形で造粒体を作製しているため、同手法で柱状成形した乾燥サンプルを用いた。

3.結果

図2に、GIIの未使用品及び強制劣化品について、含水量100%から完全乾燥まで4水準の含水量サンプルを測定した結果を示す。再構成後のCT像にて明暗が視認できたため、画像のCT値を用いた密度算出が可能であると示唆された。また、内部に高輝度の箇所が確認できた。不純物の可能性が示唆されたためSEM-EDS測定で確認したところ、

酸化チタンもしくは酸化鉄であることが分かった。密度算出時は、不純物由来のデータは用いていない。

図3には、ファントム材を用いて算出した各含水状態のHASClay GIIの密度値及びグレイ値の変容（ヒストグラム）を示す。未使用品のGIIは水分が容易に離脱する一方、強制劣化品では段階的に密度変化が起きることが分かった。水分が離脱しづらくなる様子をとらえることができたと考えられる。

ファントムを用いた密度算出の方法や、その他の測定データは発表時に紹介する予定である。

尚、本研究の一部はOpenCeramics誌に原著論文⁹⁾として掲載済みである。

謝辞

本実験に際し多大なるご協力を賜りました、吉本研究室所属の岩手大学大学院理工学専攻 柴田 凜平氏（当時M2生）、荒川 創汰氏（当時M1生）、岩手大学理工学部 村山 峻之介氏（当時B4生）、SAGA-LS 米山 明男博士、廣沢 一郎所長、岩手大学理工学部 関本 英弘助教に深く感謝申し上げます。

参考文献

- 1) https://www.nedo.go.jp/news/press/AA5_101074.html
- 2) https://unit.aist.go.jp/georesenv/geosustain/res_geo2020/ja/groups/HC2020.html
- 3) <https://www.kidenkaiatsu.com/business/pioneering4.html>
- 4) https://www.iskweb.co.jp/research/pdf/has_clay.pdf
- 5) <https://github.com/SAGALS-IMG>
- 6) <https://doi.org/10.1016/j.oceram.2025.100882>

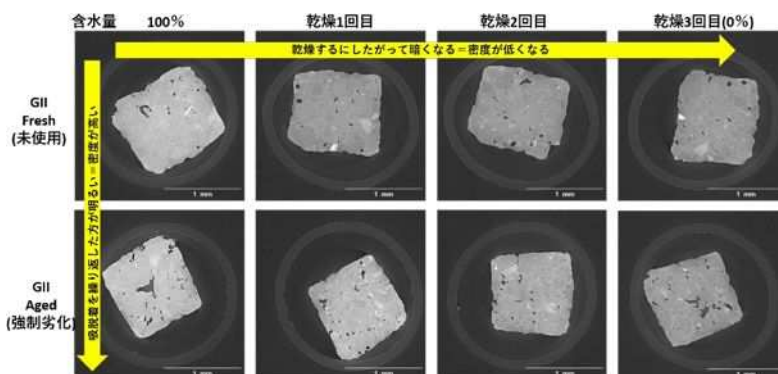


図2 GII 未使用品及び強制劣化品の測定結果

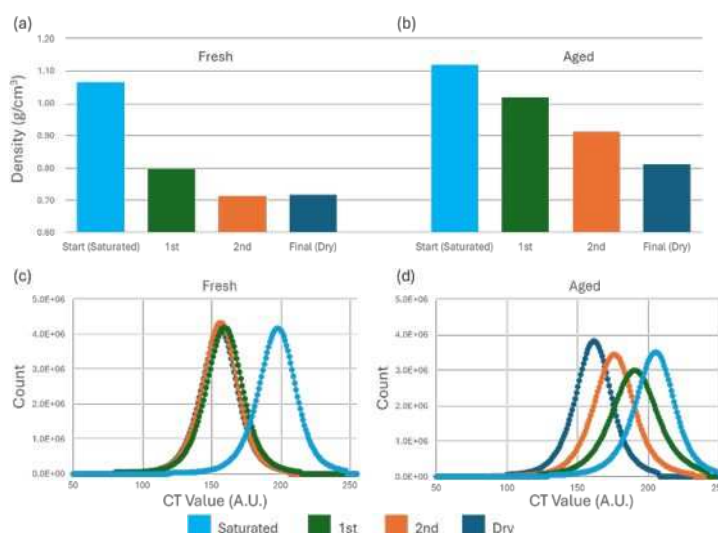


図3 GII 未使用品及び強制劣化品の密度とCT値の変容

XRD によるセメント試料の定量分析

○江村 望^{a)}

^{a)}長岡技術科学大学 技術支援センター

1.はじめに

セメントは水との混和で硬化する性質をもった粉末であり、石灰石や粘土等を焼成して作る「クリンカー」に、石膏やその他の成分を混ぜて作られる^[1]。その組成によって異なる硬化時間や強度のセメントが存在し、用途によって使い分けられている。XRD を用いた定量分析には、標準試料を用いて検量線から定量を行う手法や、最強線の RIR 値をもとに定量結果を得る RIR 法があるが、セメントは組成が複雑かつ主要な回折ピークが重なってしまうことから、近年では回折プロファイル全体をフィッティングする Whole Powder Pattern Fitting 法（以下、WPPF 法）やリートベルト解析を用いた定量が使われるようになった^[2]。WPPF 法およびリートベルト解析を行うためには解析ソフトや結晶構造データベースが必要であるが、いずれも有償・無償のものが様々ある。

本発表では、セメント試料の XRD 測定を行い、複数のソフトウェアとデータベースに基づいた WPPF 法およびリートベルト解析による定量分析を試みた成果を報告する。

2.試料

試料は本学で建設系の研究室を支援している技術職員に依頼し、市販されている普通ポルトランドセメント（太平洋セメント製）および早強ポルトランドセメント（宇部三菱セメント製）を入手した。これらのセメントはいずれも未水和で、湿度をコントロールした部屋に長期間保管されていたものである。

3.実験

表 1 の条件で XRD 測定を行い、XRD プロファイルを取得した（図 1）。得られた結果について、リガクの SmartLabStudio II（以下、SLS II）を使用し、先行研究^{[2][3][4][5]}を参考にしながら含まれている結晶相同定を行った。この際、データベースは無償の Crystallography Open Database（以下、COD）を使用した。加えて、有償データベースである ICDD の PDF-2 に基づいた結晶相同定も実施した。

相同定の結果をもとに定量分析を行った。定量分析は SLS II に加え、オープンソースソフトウェアの Profex でも実施し、使用するソフトウェアとデータベースの組み合わせを 3 種類（SLS II + PDF-2、SLS II + COD、Profex + COD）にして結果を比較した。

表 1. XRD 測定時の条件

X線管球	Cu (K α 1単色化)
X線出力	45kV, 200mA
測定角度 (2 θ)	5° - 80°
Speed	1.00° /min
Step	0.01°
入射スリット	1/6°
長手制限スリット	10 mm
受光スリット1	20 mm
受光スリット2	Open

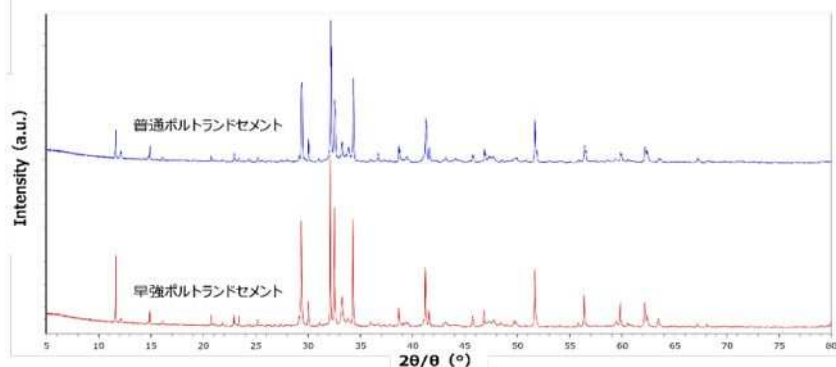


図 1. セメント試料 2 種類の XRD プロファイル

4.結果

結晶相同定の結果、いずれのセメントもクリンカーの主成分であるエーライト ($3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ 、略号：C3S)、ビーライト ($2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ 、略号：C2S)、アルミネート ($3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ 、略号：C3A)、フェライト ($4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ 、略号：C4AF) がその組成の大部分を占めているほか、石膏成分であるジプサム ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)、バサナイト ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$)、アンハイドライト (CaSO_4)、その他成分としてカルサイト (CaCO_3) が確認された。

定量分析の結果を表 2 に示す。解析の際、結晶多形の知られているエーライトは M3 型と M1 型の合算値、アルミネートは直方晶と立方晶の合算値を定量結果とした。また、ビーライトは β 型のデータを使用した。使用した解析ソフトウェアとデータベースの組み合わせによって結果に差が生じた。普通ポルトランドセメントと早強ポルトランドセメントの結果を同一解析条件同士で比較すると、早強ポルトランドセメントではビーライトが相対的に少なく、反対にアルミネートの量が多い結果が得られた。

表 2. 定量分析の結果

解析条件	試料	普通ポルトランドセメント			早強ポルトランドセメント		
	ソフトウェア	Profex	SLS II	SLS II	Profex	SLS II	SLS II
	データベース	COD	COD	PDF-2	COD	COD	PDF-2
定量結果 (wt %)	C3S	58.012	65.04	47.1	58.39	60.41	73.35
	C2S	16.49	12.2	22.6	4.48	0.7	5.0
	C3A	6.84	7.8	11.2	15.2	19.4	12.9
	C4AF	9.82	6.8	8.2	9.73	9.1	2.09
	Gypsum	1.529	1.96	4.19	2.021	2.47	2.4
	Bassanite	2.06	2.03	2.3	0.973	3.8	0.65
	Anhydrite	0.189	0.1	0.61	0.319	1.4	1.1
	Calcite	5.05	4.1	3.8	8.89	2.7	2.21
信頼度因子	Rwp	8.87	8.63	10.6	7.64	7.85	9.9
	Rp	4.36	6.43	7.59	4.53	5.94	7.03
	S	2.0344	1.9405	2.014	1.6865	1.5675	1.8708

謝辞

本研究は「技学コアファシリティネットワーク (JPMXS0440900025)」で共用された機器を利用した成果です。

参考文献

- [1] 一般社団法人セメント協会：セメントの常識. 2020.
- [2] 大渕 敦司, 葛巻 貴大, 笠利 実希：X 線回折法によるセメントの分析. リガクジャーナル, **51** (2) (2020), 10-17.
- [3] Tobias Dorn, Tamino Hirsch, Dietmar Stephan: Working mechanism of calcium nitrate as an accelerator for Portland cement hydration. J. Am. Ceram. Soc., **106** (1) (2022), 752-766.
- [4] G. Le Saoût, V. Kocaba, K. Scrivener: Application of the Rietveld method to the analysis of anhydrous cement. Cem. Concr. Res., **41** (2011), 133-148.
- [5] M.-N. de Noirfontaine, F. Dunstetter, M. Courtial, G. Gasecki, M. Signes-Frehel: Polymorphism of tricalcium silicate, the major compound of Portland cement clinker, 2. modelling alite for Rietveld analysis, an industrial challenge. Cem. Concr. Res., **36** (2006), 54-64.

FIB 加工において非導電性試料のチャージアップ解消と応用

○名古屋工業大学 松原 孝至^{a)}

^{a)}名古屋工業大学技術課

1.はじめに

FIB 装置は TEM 試料作製として有効な装置であるが非導電性試料は事前にスパッタ等で導電処理を行わなければならない。装置によってチャージアップを抑制する機能はあるが倍率が大きくなるとドリフトするため微細な加工はできない。本発表では PET フィルムを導電処理せずに FIB 装置の真空チャンバー内で導電処理を行い、チャージアップを解消した。この解消した方法と Pt スパッタで導電処理の PET フィルムの断面を TEM 観察した。写真 1 は PET フィルムに Pt スパッタした断面である。スパッタまたは FIB のカーボンデポにより PET 表面内部に金属が入り込んで表面の鮮明な写真を得ることができない。一方、チャンバー内の導電処理は PET 表面が鮮明な写真を得られた。

本件のチャージアップ解消に関する写真は当日の発表で公表する。

この方法による応用

- ① 2023 年度の機器分析技術研究会の発表において試料樹脂と樹脂保護膜の間に金属を担持することにより界面が鮮明になった。
- ② EDS のスペクトルに影響を与えない金属の選択が可能となった。

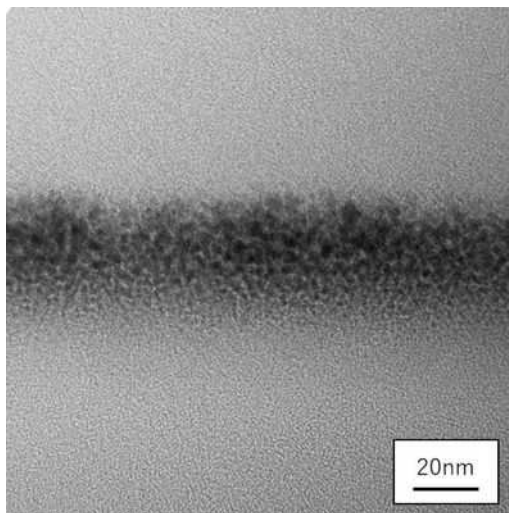


写真 1 PET フィルム表面の断面の TEM 写真

黒い粒子は導電性金属、その下部は PET

二種の鉄鋼スラグを資材とするジオポリマーの作製と物性調査

○加賀谷 史^{a)}、齋藤 憲寿^{a)}、齋藤 菜月^{a)}、南田 悠^{b)}

^{a)}秋田大学大学院 理工学研究科、^{b)}旭川工業高等専門学校 化学・生命工学科

1.はじめに

セメント産業における CO₂ 排出割合は、産業セクター中で約 27%を占め¹⁾、製造過程での排出量抑制は重要な課題である。一方で現在一般的な普通ポルトランドセメント (OPC) の原料である生石灰 CaO は、石灰石 CaCO₃ を 900℃以上の高温で分解することで製造するため、副生と燃料消費の双方から CO₂ 発生が起こる。そのため、セメント産業における CO₂ 削減には OPC の代替品開発及び導入拡大が必須である。そこで近年注目されているのが、原料に生石灰を用いないことから、製造時の CO₂ 排出量が OPC と比較して約 70%削減可能²⁾とされるジオポリマーセメント (GPC) である。

本研究では鉄鋼スラグのうち、先行研究³⁾にて良好な硬化性を示した道路用スラグ路盤材 (HMS25) に、比較的高密度のクラッシュランスラグ (CS40) を混合したものを資材に、アルカリシリカ溶液を硬化剤として GPC を作製し、試料の圧縮強度測定、走査型電子顕微鏡 (SEM) による表面構造観察、粉末 X 線回折 (XRD) 測定を用いてその物性を調査した。

2.実験方法

(1)ワンダークラッシャー (WC-3L) により粉碎し、 $\phi < 1.0$ mm の篩にかけた HMS25 および CS40 (図 1) を一定重量比 (HMS25:CS40=9:1~5:5) で混合し、資材とした。硬化剤には 4.0 M 水酸化カリウム KOH 水溶液を用いてケイ酸カリウム K₂SiO₃ を 4.0 M に調製した水溶液を用いた。

(2)資材と硬化剤を 40 g : 8 mL で混合し、円柱状の型に充填・密閉し、恒温乾燥機を用いて 40℃-24 時間養生した。養生後は脱型し、恒温乾燥機により一定材齢まで 40℃で乾燥させた。

(3)材齢 7, 14, 28 日の各試料を、ダイヤモンドソーと紙やすりを用いて寸法比 $1.90 \leq (l/\phi) \leq 2.00$ の円柱型に成型し、寸法と重量から嵩密度を算出した。

(4)成型した試料について、万能試験機による圧縮強度試験を行った。更に材齢 28 日の各試料について、SEM による表面構造観察、XRD による結晶構造解析を行った。



図 1 粉碎した HMS25 (左) と CS40 (右)

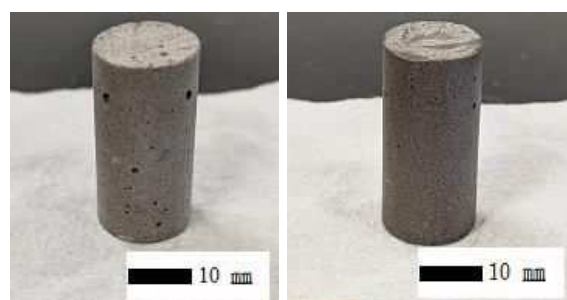


図 2 GPC 試料の外観 (左 : 9:1, 右 : 5:5)

3.実験結果と考察

作製した GPC 試料は、いずれの資材混合比でもよく硬化した。CS40 の割合が高くなるほど外観 (図 2) は黒褐色を呈し、かつ嵩密度 (図 3) も大きくなった。ピクノメーターによる元資材の実測密度は、

HMS25 が 2.79 g/cm^3 、CS40 が 3.32 g/cm^3 であったため、外観同様に混合比が反映された結果となった。

一方で圧縮強度は、最大値は資材混合比 7:3-28 日試料の 14.7 MPa 、次いで 9:1-28 日の 13.6 MPa と、必ずしも嵩密度が大きい程高いわけではなかった。7 日/28 日強度比は全混合比平均で 65%と、水/セメント比 55%-標準水中養生 ($20 \pm 2^\circ\text{C}$ の水中で 5 日間養生) OPC の 74%⁴⁾と比較してやや劣っていた。また、いずれも 28 日で最大強度を発現していることから、OPC 同様に強度上昇には一定の材齢が必要であることが分かる。

SEM により 7:3-28 日 GPC の表面構造 (図 5) を観察すると、平滑に見える部分と粒子が凝集した部分が観察された。また XRD 測定結果 (図 6) では資材の主成分であるメリライト⁵⁾由来のピークが確認されたことから、試料は GP 反応により硬化しながらも資材の結晶性を維持していることが判明した。

4. 結言

鉄鋼スラグの 1 種である HMS25 と CS40 を資材に、ケイ酸カリウム溶液を硬化剤として GPC を作製したところ、良好な硬化性を示した。最大圧縮強度は HMS25:CS40 混合比 7:3、材齢 28 日試料であり、また硬化後も資材の結晶性は維持されていることが判明した。

謝辞

本研究は、公益財団法人 JFE21 世紀財団の助成により実施された。

参考文献

- 1) F. Yang, J.C. Meerman, A.P.C. Faaij : Carbon capture and biomass in industry: A techno-economic analysis and comparison of negative emission options, Renewable and Sustainable Energy Reviews, vol 144, 2021.7.
- 2) 西松建設技報 Vol.39 「ジオポリマーの特性と施工事例」
- 3) 加賀谷史、齋藤憲寿、南田悠、齋藤菜月：産業廃棄物を用いたカルシウム系蓄熱材の作製及びその蓄熱性能の調査、令和 6 年度日本セラミックス協会東北北海道支部研究発表会、2025.11.
- 4) 社団法人セメント協会 コンクリート専門委員会：委員会報告ダイジェスト版、pp. 7-8、2011.
- 5) 近藤連一：鉄鋼スラグの化学、Gypsum and Lime、No.147、pp. 71-79、1977.

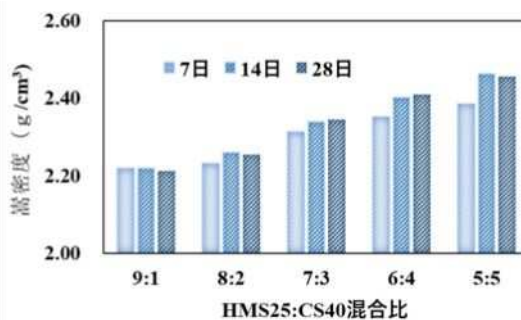


図 3 作製試料の混合比と材齢、嵩密度

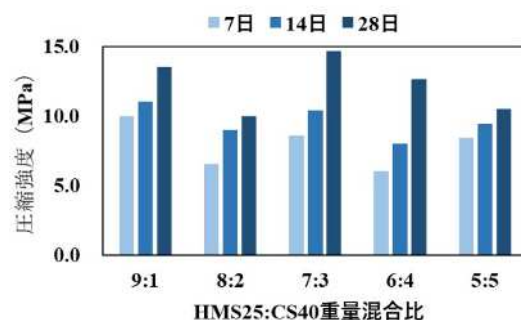


図 4 作製試料の混合比と材齢、圧縮強度の関係

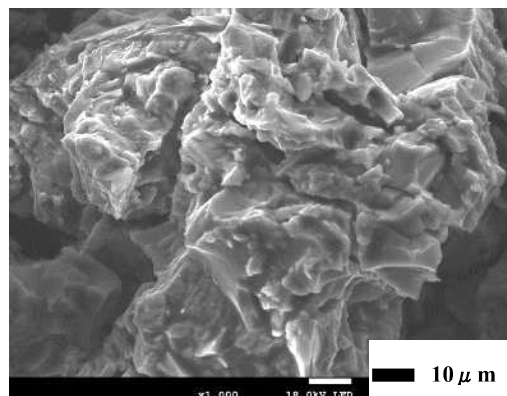


図 5 GPC 試料の SEM 写真 (7:3-28 日)

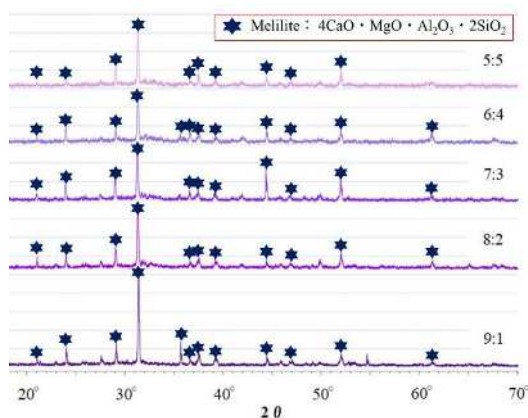


図 6 作製試料 (材齢 28 日) の XRD 測定結果

レーザー／プラズマ集束イオンビーム加工観察装置（Laser PFIB） Helios 5 Laser Hydra および透過型電子顕微鏡（S/TEM） Talos F200X G2 の整備と運用状況

○松本 大輝^{a)}、森下 絵理^{b)}、時谷 政行^{b)}

^{a)} 大学共同利用機関法人 自然科学研究機構 核融合科学研究所 技術部

^{b)} 大学共同利用機関法人 自然科学研究機構 核融合科学研究所 研究部



レーザー／プラズマ集束イオンビーム
加工観察装置（Laser PFIB）
Helios 5 Laser Hydra



透過型電子顕微鏡（S/TEM）
Talos F200X G2

図 1、新規装置 2 台

1. 概要

核融合科学研究所では、内閣府が主導するフュージョンエネルギー・イノベーション戦略におけるフュージョンテクノロジー・イノベーション拠点の形成の一環として、フュージョンエネルギー・ナノプラットフォームを整備した。

本整備事業で導入した主要な設備は高性能電子顕微鏡装置群であり、中核の設備として『レーザー／プラズマ集束イオンビーム加工観察装置（Laser PFIB） Helios 5 Laser Hydra および『透過型電子顕微鏡（S/TEM） Talos F200X G2』（図 1）を導入した。本装置群はフュージョンエネルギーイノベーション拠点として既に大学、公的研究期間、民間企業、大学院生等から利用されている。本発表では本事業の整備状況を報告する。

2. 装置概要

① レーザー／プラズマ集束イオンビーム加工観察装置（Laser PFIB） Helios 5 Laser Hydra

本装置は、Xe、Ar、O、N の 4 種類のプラズマイオンビームを搭載しており、従来 10 数マイクロメートルスケールの加工が限界だった Ga イオンビームと比較して高速な加工が可能で、従来よりも広範囲の観察に対応できるようになった。さらに、フェムト秒レーザー加工機能を備えており、プラズマイオンビームを上回るミリメートルスケールの加工も可能である。

これを利用して、材料表面や接合材料の界面の広範囲の構造の観察を行っている。

またエネルギー分散型 X 線分光法 (EDS/EDX) および電子線後方散乱回折法 (EBSD) の分析性能も従来機と比較して向上している。

② 透過型電子顕微鏡 (S/TEM) Talos F200X G2

本装置は基本的な透過型電子顕微鏡 (TEM) 像、走査透過型電子顕微鏡 (STEM) 像での観察に加え、電子エネルギー損失分光法 (EELS) による分析が可能である。EELS は軽元素の検出に優れるほか、元素の結合状態や化学状態の解析が可能であるという利点を有する。

これを利用して、プラズマ照射によって損傷した核融合炉内壁材料中のヘリウムバブルや重水素バブルの検出、および金属表面の結合状態の評価を行っている。

また、Helios と同様にエネルギー分散型 X 線分光法 (EDS/EDX) にも対応している。Talos では 4 基の EDS 検出器を搭載しており、従来と比較して高速かつ高感度な元素分析が可能となった。

3. 装置ブース

導入した 2 台の装置は、2,400 mm を超える天井高に加え、厳密な温度・湿度・振動・磁場・圧力が管理された環境が要求されるため、規格品のプレハブ構造を設置ブースへ適用することが困難であった。そこで本事業では、室内天井高 3,500 mm の電子顕微鏡専用ブースを新設し、ブースの壁面および天井には断熱材、防音材を配置し、空調による室温 20 ± 3 °C・湿度 50 ± 5 % の恒温・恒湿度制御ならびに外部振動・騒音の低減する構造とした。また Helios、Talos 共に磁場キャンセラーを設置し外部磁場の影響を低減した。

4. まとめ

以上のように核融合科学研究所では新規装置 2 台を導入したため整備と運用状況を報告する。研究会当日は上記の整備内容に加え本装置群の運用の成果を可能な限り発表する。

謝辞

この度は発表の場をご提供いただきありがとうございます。当日はどうぞよろしくお願いいたします。
機器・分析技術研究会 2026 鹿児島大学 実行委員会 御中