

# 事例集 No.2



放射光が東北を変える



# SYNCHROTRON



# TOHOKU



※募集内容は年度ごとに異なる場合があります。※令和2年度の募集は終了しています。

令和  
2年度

# 仙台市既存放射光施設活用事例創出事業 トライアルユース事業の概要

仙台市では、仙台・東北の事業者が、令和6年度本格稼働予定の次世代放射光施設活用によりイノベーションや付加価値の創出につなげ、地域経済への波及効果を生み出す「光イノベーション都市」の実現を目指しております。

当該事業では、国内既存放射光施設を活用した多種多様な事例を創出し、その事例を活用した普及啓発を行うことで、放射光施設の産業利用可能性を認識してもらい、次世代放射光施設稼働後の積極的な活用に繋げていくことを目的としています。

事業内容	国内既存放射光施設利用による事例を創出し、事例報告書及び発表資料を納品する ※測定試料の作製行程等は、受託者の裁量で機密事項として取扱いを可能とします。
対象者	国内に事業所を置く法人(中小企業者) ※法人でない社団又は財団で代表者又は管理人の定めがあるものを含みます。その他要件等の詳細は募集要項をご確認ください。
選定審査等	書類審査及びオンライン面接審査にて受託候補者を選定する
契約期間	契約日～令和3年3月31日(水)まで
委託上限額	150万円/1件 ※対象経費:放射光施設使用料、消耗品費、測定部品、試料等の輸送費、職員の現地派遣交通費・宿泊費、測定データ解析・加工費等
スケジュール	令和2年 7月10日 質問締切 8月21日 応募締切 9月10日・11日 審査会(オンライン) 令和3年 2月26日 事例報告書提出 3月22日 完了報告書提出
応募件数	15件
採択件数	6件

## 「次世代放射光施設」とは

- ナノまでを観察することができる世界最先端の巨大な顕微鏡
- 東北大学青葉山新キャンパスに整備され、令和6年度本格稼働予定

お問い合わせ先

仙台市役所 経済局 産業振興課 (担当) 金・齋藤

TEL : 022-214-8768 FAX : 022-214-8321 E-mail : kei008030@city.sendai.jp

仙台市産業振興課ホームページ

[https://www.city.sendai.jp/renkesuishin/jigyosha/kezai/sangaku/housyakou\\_trial-use.html](https://www.city.sendai.jp/renkesuishin/jigyosha/kezai/sangaku/housyakou_trial-use.html)



# カツオ節の製造における組織変化の見える化

株式会社 阿部亀商店 | 宮城県塩竈市  
共同研究：東北大学大学院農学研究科

## 課題

## 世界一硬い食品・カツオ節の硬化と軟化プロセスにおける筋肉成分の挙動解析と水産物加工への応用

世界一硬い脅威の伝統食品カツオ節の製造過程では硬化(ガラス化)が起こるが、そのガラス化と加温または加水による軟化(ラバー化)における筋肉構造や筋肉成分(水分、タンパク質、脂質など)の変化の観察は難しく、それらの変化を試料の直接観察で調べた例は見当たらない。

### 測定目的

従来観察が難しかったカツオ節の製造過程における筋肉のナノ構造の変化について、SPring-8において、吸水などの処理以外にカツオ節試料に手を加えることなく筋肉の状態を直接プロファイリングすることを試みた。

### 測定方法

小角散乱法(SAXS) 超小角散乱法(USAXS)

### 結果及び考察

図1.生および煮熟後カツオ筋肉のX線SAXSプロファイル  
生カツオ→煮熟の変化

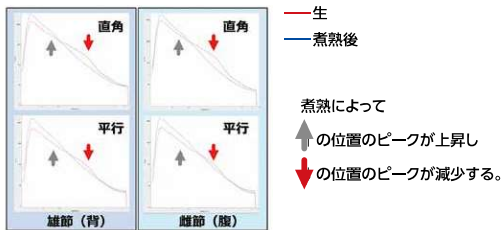


図2.1番火入れカツオおよび荒節のX線SAXSプロファイル  
1番火入れ→荒節の変化

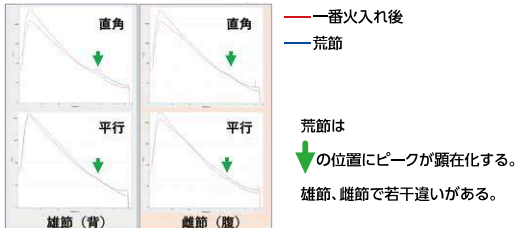
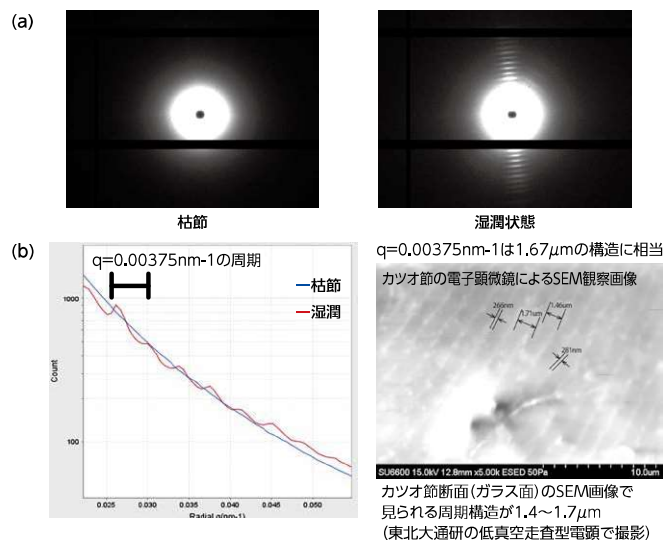


図3.枯節のX線USAXSプロファイルと電子顕微鏡による観察画像



SAXSによる観察をカツオ節の筋繊維に対して直角または並行の面について行った。図1のように、生と煮熟後と比較すると散乱ベクトル $q=0.2$ (グレー)を境に散乱ピークの様相が変わっており、 $q=0.5$ (赤色)に認められた小さなピークは煮熟により消失した。図2に示す1番火入れと荒節では、図1と異なり散乱ピークが $q=1$ (緑)にシフトし、雄節の直角面の試料において、1番火入れ後のピークは荒節でよりシャープに観察された。

枯節における水戻しの影響をUSAXSで測定したところ、水戻しすると縦方向に層線状の散乱像が観察された(図3 (a))。また一次元散乱プロファイルより、湿润状態では特徴的でシャープなピークは認められなかったが、広い $q$ の範囲において周期的で小さいピークが多数観察された(図3 (b))。

**【結論】** 世界で初めてカツオ節のX線小角散乱を測定し、以下のことを明らかにした。

- ・カツオ節の各製造(加工)段階において、小角領域に特徴的な散乱ピークが認められた。
- ・小角領域のピークは、加工法により消長した。
- ・ピークの消長に雄節と雌節で若干の違いがあった。
- ・枯節の水戻し前後の散乱像を比較すると、水戻し前は試料の構造は非晶質でランダムであるが、水戻し後の湿润状態では密度分布が数マイクロメートルの周期構造を有するようになり、積層した本来の筋肉構造に近付くことが示唆された。



# 自社開発装置の最適な動作条件検討

株式会社 亀山鉄工所 | 宮城県仙台市 (本社・仙台工場)  
支援：株式会社日産アーク

## 課題

## 3Dボールミル粉砕における層状化合物からナノシート物質の剥離挙動の解明

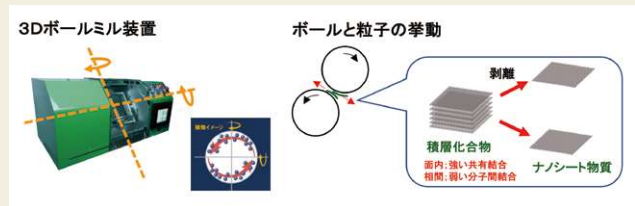
開発中の3Dボールミル装置は、均質な混合・粉砕力により強度異方性がある層状化合物からナノシート物質の剥離が可能であるが、全体挙動が未解明の為、最適な剥離条件出しができていない。

### 測定目的

剥離前後における粒子の状態を測定することにより、全体挙動の解明を行う。

### 測定方法

小角散乱法(SAXS)



### 結果及び考察

粉砕前後における散乱曲線においては、以下の結果が得られた。

- 散乱曲線の形状  
粉砕後は全体に持ち上がった形状となったが、これは小粒子化が進行したことによるものと解釈した。
- 散乱曲線の傾き  
曲線の傾きは、粉砕後により $q^{-2}$ 乗曲線近似(既知文献からの情報)に近づき、板状粒子を表す結果となった。
- 変異点の存在  
変異点は、低 $q$ 領域にショルダーが出現、高 $q$ 領域では形状は変わらず、より高 $q$ 側へのシフトが観察された。前者は、原粉における凝集成分(2次粒子)が粉砕により壊れ、本来の粒子の大きさを示したものと解釈した。後者は、粉砕によりさらに小粒子化が進行した結果と解釈できた。

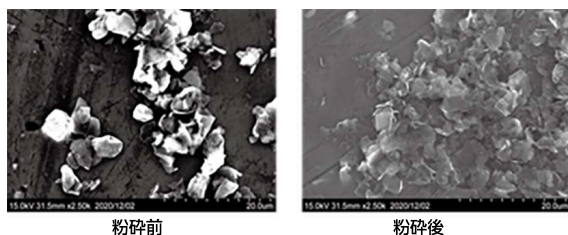
以上の結果より、3Dボールミル装置による粉砕により、積層化合物からの剥離が進行し、ナノシート物質の生成が示唆された。この結果は他の装置による分析結果(電子顕微鏡写真)とも一致した。

また、並行して行ったラゴ機による実験の結果からは、分散液を沈殿させた試料において、散乱パターンが楕円形状を示し、ナノシート化を示唆する粒子の異方性が確認された。このことから、配向を制御することにより新たな知見が得られる可能性が示唆された。

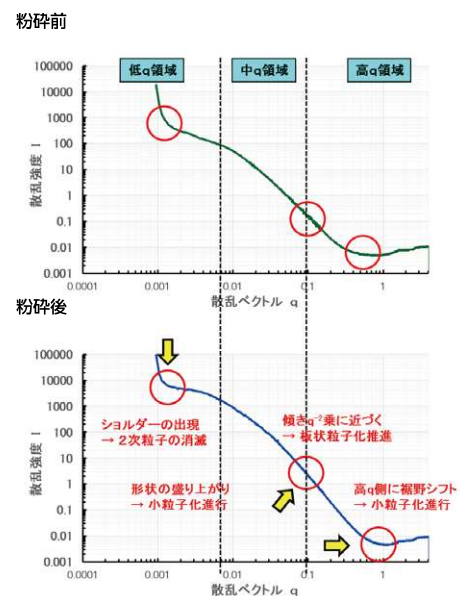
#### [結論]

原料粉から粉砕粉までの広い粒径範囲に対応する散乱状態を測定することによって、起こっている現象を説明することが可能なことが分かった。(定性的な評価が可能)

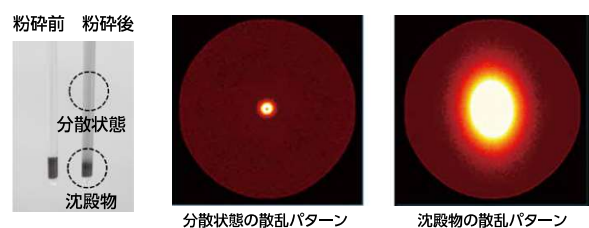
#### 粉砕前後における粒子の電子顕微鏡写真



#### 粉砕前後における散乱曲線の違い



#### 分散状態と沈殿状態における散乱パターンの違い



# 宇宙産業進出の為の自社技術最適化

株式会社ジャパン・アドバンスト・ケミカルズ | 神奈川県厚木市  
 支援：株式会社日産アーク

課題

## プラチナ等の貴金属上への最適な成膜条件を探索する

X線天文衛星Athenaに搭載するX線望遠鏡モジュール受託製作には、高強度で平滑且つ均一なALD(原子層堆積法)成膜とその非破壊分析及び解析技術が必要であるものの、Pt等の基金属板上にSiC、BNなど化学的に安定な軽元素極薄膜のALD成膜を行ったところ、目視でも分かる程の荒れた結果となった。

測定目的

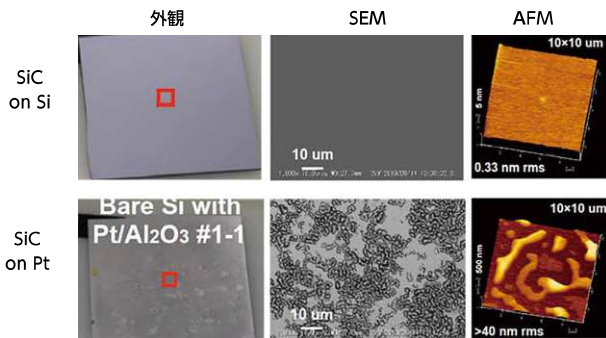
Pt膜上のみ平坦化が出来ていない原因の究明を放射光観察で行い、貴金属上SiC、BN極薄膜のナノオーダー形成技術を創出する。

測定方法

硬X線光電子分光法(HAXPES)

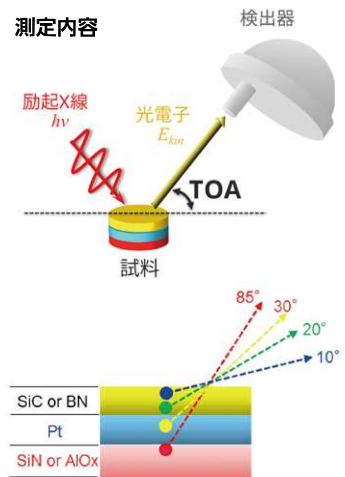
結果及び考察

SiC成膜後の膜分析結果

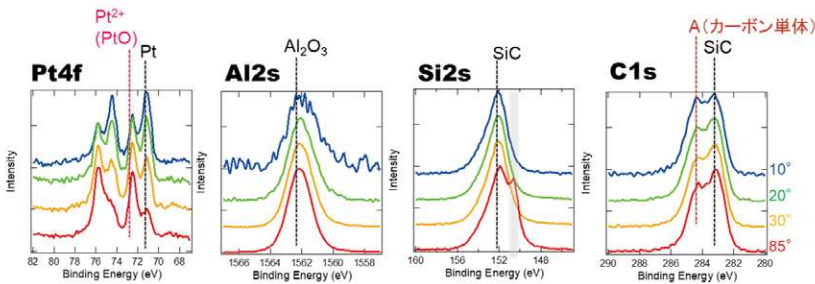


Si膜上は平滑化されているが、Pt層上は平坦化できていない。

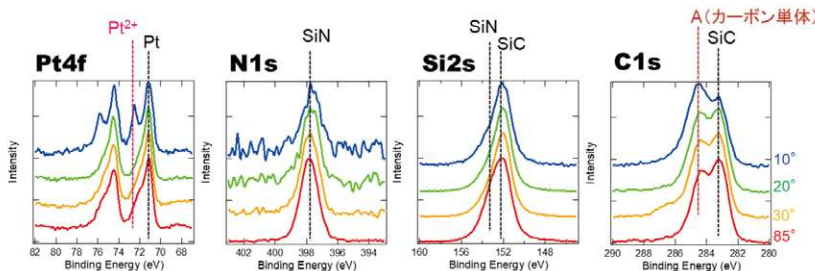
HAXPES 測定内容



課題を抱えるサンプル(SiC/Pt/AlOx)のAR-HAXPES測定



課題を解決すると思われるAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>膜をSiN膜に変更したサンプル(SiC/Pt/SiN)のAR-HAXPES測定



TOA (°)	検出位置		
	SiC, BN	Pt	SiN, AlOx
10	SiC, BN 上部	SiC, BN 界面	Pt界面
20	内部	内部	内部
30	内部	内部	内部
85	Pt界面	SiN, AlOx 界面	内部

成膜不良の原因がAlO層であることがわかり、その正体はPtの2価化合物であった。SiN層へ変更することで発生が抑えられ、平坦な膜を得られることが示唆された。

# 枝豆の美味しさの見える化への挑戦

仙台農業協同組合 | 宮城県仙台市  
共同研究：東北大学大学院農学研究科

## 課題

## 仙台産枝豆品質のナノレベルの見える化と評価法の検討

仙台市では、仙台枝豆プロジェクトをはじめ、産地化に取り組んでおり、全国的な知名度向上を目指すために、さらなる品質向上と安定化が最も重要な課題であるが、美味しさの科学的指標は未だ確立していない。甘さについては糖度や糖組成により容易に測定可能であるが、特に、物理性に関わる食感(テクスチャー)の評価は難しく、その原因の1つとして、内部構造や生体分子の状態を非破壊で観察する方法がなかったことが挙げられる。

## 測定目的

令和元年度トライアルユース事業で枝豆の美味しさの評価を目的として、X線位相CT法によって世界で初めて枝豆の微細構造の3D視覚化に成功したが、美味しさに関わる歯ざわりあるいは滑らかさの評価は難しかったため、テクスチャーと関わる可能性の高いタンパク質等の高次構造を小角散乱法(SAXS)で解析する。

## 測定方法

小角散乱法(SAXS)

## 結果及び考察

ポイント測定を行った結果、生の枝豆では $q=0.6$  ( $\text{nm}^{-1}$ )および $q=1.1$  ( $\text{nm}^{-1}$ )付近に特徴的なピークが観察された一方、blanching(2分程度ボイル)処理後にはそれらが明瞭には観察されなくなり、追加ボイルしたものではほぼ完全に消失したものと見えた。一方、blanching処理サンプルでは $q=0.18$  ( $\text{nm}^{-1}$ )付近を頂点とするピークが出現したが、追加ボイルが2分、6分と長くなるにつれてピークの位置が $q=0.22$  ( $\text{nm}^{-1}$ )付近に移動した(図2)。このことは、ゆでる処理によって現れた何らかの構造が、長時間加熱によりさらに変化した可能性を示唆する。

図1 材料の準備と測定

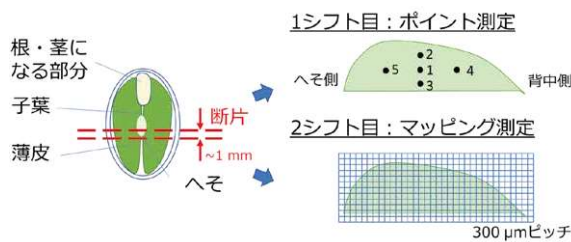
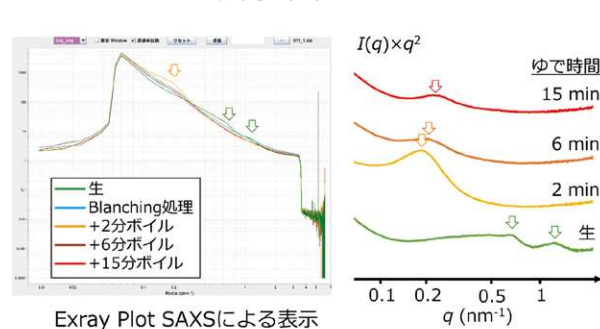
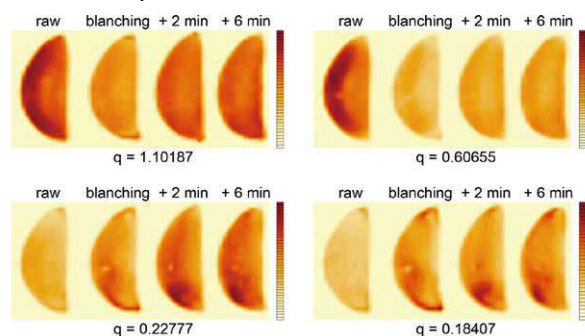


図2 ポイント測定の結果



マッピング測定の結果、生の枝豆で観察された $q=0.6$  ( $\text{nm}^{-1}$ )および $q=1.1$  ( $\text{nm}^{-1}$ )付近の散乱光は主に枝豆の外側で強かった一方(図3上段)、ゆでることで現れた $q=0.2$  ( $\text{nm}^{-1}$ )付近の散乱光はへそ寄りの狭い領域で特に強いことが分かった(図3下段)。このことから、生の枝豆で消失した何らかの構造とゆでた枝豆で出現した何らかの構造の間には直接的な関係がないものと推察された。このマッピング結果は、今後それぞれの構造がどのような物質によるものであるかを検討する上で有用なデータであると思われる。

図3 マッピング測定の結果。ポイント測定でピークが検出されたq付近のみ掲載した。





# うどんとかまぼこの食感の見える化

株式会社東北アグリサイエンスイノベーション | 宮城県仙台市  
共同研究：東北大学大学院農学研究科

## 課題

## X線CT評価による生物素材の開発と規格化

食品のおいしさの要素には、味・香りなどの「食味」と「食感(テクスチャー)」がある。食味は成分分析などの方法で比較的数値化が容易である一方で、テクスチャーは硬さ、こし、歯ごたえ、滑らかさ、流動性などの力学的感覚が多様であり評価が難しい。複数の素材からある力学物性を有する商品を設計するときには、組成のみならず構造を制御しなければならない。

## 測定目的

宮城県特産の「かまぼこ」と「うどん」を測定対象として、X線CT測定によって可視化する内部構造と、既に集積されている力学特性の比較により、画像解析によるテクスチャー評価法の確立を目指す。

## 測定方法

X線CT

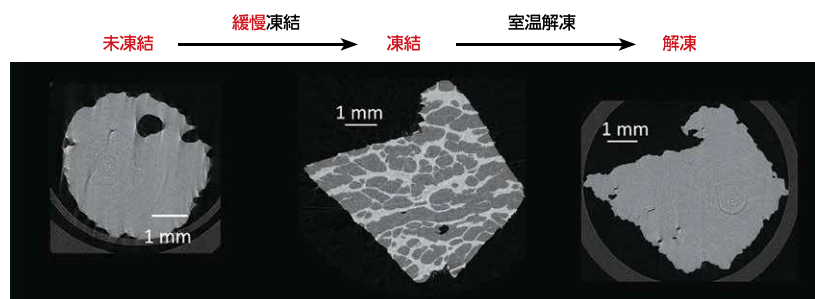
## 結果及び考察

### かまぼこ

生・凍結・解凍の3種のサンプルについて、X線CTによる内部構造の観察結果、室温状態となっている生サンプル、解凍サンプルについては、内部は一樣なX線吸収を示した。一方、凍結サンプルにおいてはX線吸収の濃淡が見られた。

凍結サンプルにおいては、内部がX線吸収量の高い部分(明部)と低い部分(暗部)の2つの状態に分かれていることが示された。解析の結果、緩慢凍結により生じたコントラストはミネラル分の分布に由来していることが示唆された。

図1 かまぼこのX線CTの断面画像



### うどん

乾麺と、それを茹でたうどんのX線CT(断面像)(図2)乾麺は均一な状態であったのに対し、茹で麺には内部に空隙が観察され不均一であることが分かった。内部構造の不均一性の可視化によってうどんの食感に関する理解が深まることが期待される。

図2 乾麺と茹で麺のX線CT画像

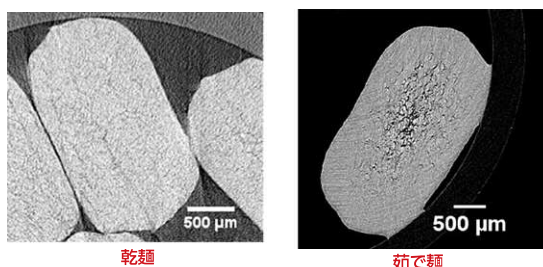
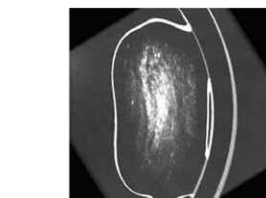
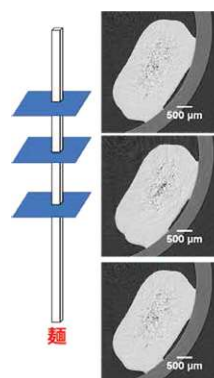


図3 画像解析の例



断面部分の標準偏差 明るいところは標準偏差が大きく、空隙が生じている。

断面画像のばらつきを標準偏差を用いて評価し、標準偏差を画像化することで不均一性を詳細に解析することが可能となった。

## 放射光×機械学習で手延ベ素麺の美味しさに迫る

兵庫県手延素麺協同組合 | 兵庫県たつの市

共同研究：兵庫県立大学 大学院理学研究科・環境人間学部

## 課題

手延ベ製法の条件と  
手延ベ素麺の美味しさ評価

報告者らのグループはこれまでの研究を通じて、手延ベ素麺の特徴的な製法から生じる乾麺の空隙構造が、茹で調理の際に乾麺内部へ湯(水と熱)を供給するチャンネルとして機能すると考え、水の過不足によって生じるデンプンの膨潤・糊化状態の空間分布が「こし」などの独特な食感に寄与するという仮説構築に至った。

## 測定目的

手延ベ製法に特有の複合圧延工程と食感の相関をミクロ(空隙)およびナノ(デンプン)構造レベルで理解することを目指し、放射光分析と機械学習を活用した、茹で麺内のデンプン膨潤・糊化状態分布の可視化方法を検討した。

## 測定方法

X線マイクロCT 小角散乱法(SAXS) 広角散乱法(WAXS)

## 結果及び考察

## 1. X線マイクロCTによる乾麺構造の比較

手延ベ麺の断面には、空隙が多数存在し、それらは麺線方向に伸びていた。一方で、機械麺の空隙は顕著な異方性は見られなかった。このことから、手延ベ麺で確認された構造は、複合・圧延工程に起因して形成されたと推察された。手延ベ麺の配向した空隙構造は、混捏時間の差異に伴うグルテン束の形成量の違いや複合する麺帯本数に依存して変化すると予想したが、CT像からは顕著な差異は見出せなかった。

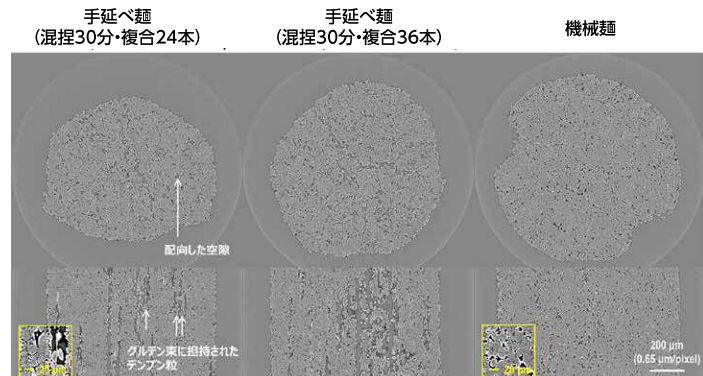
## 2. マイクロビームSWAXSによる茹で麺のデンプン状態の空間分布の可視化

デンプン状態をより詳細に解釈するために、手延ベ麺及び機械麺試料の全照射点のSAXSプロファイルにマンフォールド学習を適用し、データ空間上でSAXSプロファイルの比較を行った。

このマンフォールドマップはデンプンの状態図として解釈することができる。今後、官能評価と構造及び力学特性評価の結果を比較することで、手延ベ素麺特有の「こし」や「のど越し」といった「美味しさ」のメカニズムの理解を進めることができると期待される。

## 手延ベ麺及び機械麺の放射光X線μCT断層像。

(上) 麺線垂直断面、(下) 麺線平行断面。



## 局所SAXSプロファイルのマンフォールドマップ

