AI による成分分析技術の高度化に関する試験・研究開発

- 迅速な成分分析結果を得るために -

Research and development on the advancement of component analysis technology using

- To obtain rapid component analysis results -

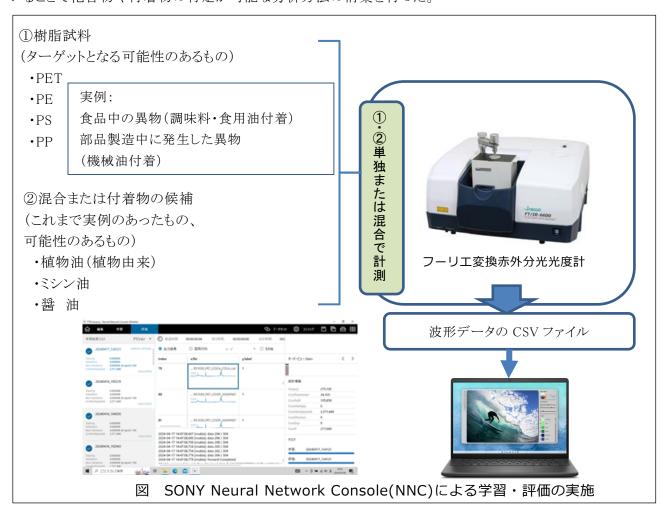
横濱 和彦

県内企業から依頼試験で持ち込まれる製造品である試料の成分分析を行う際に問題となるのが、製造の過程で混入される添加物である。こうした混合物によって計測結果の波形などが影響を受けるため、誤認識した検索結果となる事例がある。そのため、現状では分析担当者がライブラリと計測結果の比較を行い、混合物の有無や、試料の主要物質が何か確認を行っている。

また、近年は SDGs の考えが広がり、県内企業が試作した再生品への計測依頼や技術相談の件数が増えている。

本研究では、AI等の解析技術を工総研の所有する計測機器群の計測結果に用いることで、迅速に主要物質と添加物を識別して検出する技術や、添加物の違いを識別し分類する技術の開発を目的としている。

令和6年度は、有機化合物に対する工総研の所有機器による計測で得られた波形データから、AI を用いることで化合物や付着物の特定が可能な分析方法の構築を行った。



1. はじめに

工業総合研究所では青森県内の企業からの依頼を受け、所有する機器を使用して、製造中に発生した不具合品に付着・混入している異物の分析を行っている。

EU による RoHS 指令等、製造品に使用される材料への規制が厳しくなっている。県内企業から工業総合研究所へ、規制物質が含有した素材の確認方法に関する相談が来るようになってきている。

本研究では、こうした相談に対応できるように、工業総合研究所が所有する機器で、計測対象の 試料に規制物質が含有しているか簡易に確認できるよう、AI(NNC: SONY Neural Network Console) を用いた定性評価する機能を構築することを目的としている。

令和6年度は、樹脂材料に付着物または混合している状態での試料を識別する機能を構築することを目標とした。

2. 実験内容

2.1 実験の概要・内訳

工業総合研究所に機器使用や依頼試験の形で持ち込まれ、分析が行われる試料の多くが製造工程で発生した異物である。製造工程中に発生するため、試料の表面に異物が付着したり、包み込んでいる場合も多く、フーリエ変換赤外分光光度計(FT-IR:日本分光 FTIR-6600)等で計測した場合、試料と付着物双方の特徴的ピークを持った波形が得られる。しかし、一般的な FT-IR の持つ比較評価用のデータベースは、純物質の有機物を計測した結果が登録されている。そのため、データベースから類似物質の検索を行うと、より強い波形の特徴が検出された側のみが検索結果として表示されるため、2つの有機物が混合した状態の波形から、装置自体のアプリケーションによって検出することは難しい。令和6年度は混合する2つの有機化合物を計測した結果の波形から、どのような化合物が混合しているか識別することを可能にするために、それぞれ単独の有機化合物と混合状態での波形データを収集して、NNC による機械学習を実施した。機械学習後に2つの有機化合物の特徴が含まれる波形からも、どのような試料か識別することが可能か、樹脂側(PET・PE・PP・PS)と付着物側(ミシン油・植物油・醤油)を組み合わせた波形データを学習させた後、波形サンプルごとに NNC によ

る評価結果を確認した。

2.2 波形データの収集作業

2.1で記述したように、樹脂側と付 着物側それぞれの試料に対してFT-IR の ATR 法による計測を実施した 後、2つの有機化合物のうち基材と なる樹脂側に付着物側の有機物を 付着させて計測を実施した。その際 に、計測条件が一定になることで、同 じ計測結果のデータとならないよう に、FT-IR の試料台に対する試料固 定用ロッドの締め付けトルクの強度を 一定にならないようにした。また、付着 物側が検出されやすいように、樹脂 側の試料を凍結粉砕機で粉砕したう えで付着物側試料と混合させてから 計測を行った。図1で示すように締め 付けトルクが弱いと表面に付着してい

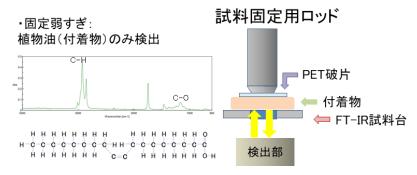


図1. 固定が弱い際の試料の状況と計測結果波形

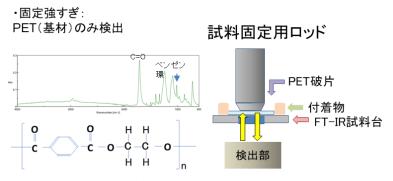


図2. 固定が強すぎる際の試料の状況と計測結果波形

る付着物側の波形特徴が強い状態の 波形データが得られた。逆に締め付け トルクを強くすると試料台と樹脂側の間 に存在する付着物が締め付けの圧力 で除外されて、樹脂側の波形特徴が強 い状態の波形データが得られた(図 2)。締め付けトルクが強くなく弱くもな い計測に良好な条件となった際には、 樹脂側・付着側双方の特徴を持った波 形を検出することができた(図3)。

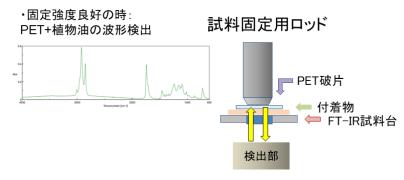


図3. 固定が良好な際の試料の状況と計測結果波形

この計測方法によって得られた波形データを、樹脂側と付着物側の単独の他に。各試料の組合わせ毎に 100 件以上収集し、波形データを CSV ファイル化したうえで NNC による機械学習を実施した。

3. 結果と考察

3.1 波形データからの評価方法

NNCによる機械学習後に、試料毎にピックアップした各10件のサンプルに対して分析評価を行った(図4)。その結果、計測対象の試料が単体・混合のどちらの状態でも、識別することができることを確認できた。また、FT-IRによる分析を行う場合、計測の結果得られた波形はFT-IR内のライブラリに登録されている波形データのどれに最も近い波形となっているかを検索し、解析結果を出力する。しかし、基本的に登録されている波形データは純物質での計測結果が多く、複数の化合物が混合した状態の試料に対して的確に

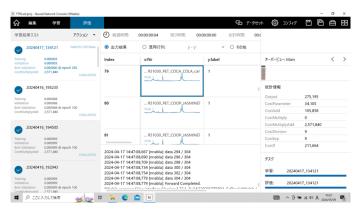


図4. NNC(Sony Neural Network Console)による評価

分析することは困難である。通常は検索結果で上位に選定されている波形データと比較しながら、吸光する波長が一致している波形を持つ物質を選定することで、どのような化合物か特定していく。こうした確認作業に、これまでの評価方法では1時間程度が必要だった時間を短縮できた。

3.2 評価結果

今回の NNC による分析方法を実施した結果、試料の化学構造の特定に検出を10分程度に短縮することができることを確認できた。これは、これまでは強く検出されている化合物の特定を行った後、検索結果の中から特定された化合物以外に、化合物の特徴の波形が検出されていないか確認する作業が必要となるためである。NNC を用いた分析結果では、これらの2つの化合物を特定する作業を一度の評価結果で確認することができるため、分析時間を大きく短縮することができた実施結果となった。

また、混合物となっている試料に対しても識別できていることを確認できた。これらの波形データから、単独の化合物の試料および2種の化合物が混合している試料の識別・評価ができる機能が構築されていることを表 1 の結果で確認することができた。

表 1.NNC による評価結果

計測対象	PET	PET+ミシン油	PET+植物油	PET+醤油	ミシン油	植物油	醤油	PET+植物油 +醤油
PET	1	0	0	0	0	0	0	0
PET+ミシン油	0	1	0	0	0	0	0	0
PET+植物油	0	0	1	0	0	0	0	0
PET+醤油	0	0	0	1	0	0	0	0
ミシン油	0	0	0	0	1	0	0	0
植物油	0	0	0	0	0	1	0	0
醤油	0	0	0	0	0	0	1	0
PET+植物油+醤油	0	0	0	0	0	0	0	1

計測対象	PE	PP	PS	PE +ミシン油	PE +植物油	PE +醤油	PP +ミシン油	PP +植物油	PP +醤油
PE	1	0	0	0	0	0	0	0	0
PP	0	1	0	0	0	0	0	0	0
PS	0	0	1	0	0	0	0	0	0
PE+ミシン油	0	0	0	1	0	0	0	0	0
PE+植物油	0	0	0	0	1	0	0	0	0
PE+醤油	0	0	0	0	0	1	0	0	0
PP+ミシン油	0	0	0	0	0	0	1	0	0
PP+植物油	0	0	0	0	0	0	0	1	0
PP+醤油	0	0	0	0	0	0	0	0	1

4. 考察

NNC を用いた分析方法を用いることで、不具合品である試料の分析結果を、従来の手順よりも短時間で企業側に提供することが可能になる。特に複数の素材が混合している試料の場合に、分析結果を得られるまでの所要時間が大きく削減できることで、県内企業側の損害の軽減が期待できる。その一方で、機械学習を行った際の波形データに含まれていない試料が含まれる混合物の場合、評価時に識別の精度が低下する可能性が高い。また、実際に基材と付着物のような形で2種の化合物の混合の試料を計測することも考えられるため、複数での化合物の波形データを機械学習させて、計測対応ができる素材の幅を広げていく必要も考えられる。今後は SDGs による再生樹脂への評価や EU による RoHS 指令のような規制物質が含有した試料への対応もできるように、各種試料の組合せの波形データの種類の幅を広げ、機械学習の件数を積み上げていくことで、評価での精度を向上させること、FT-IR で検出が困難な試料に対して他の計測機器を用いて補完を行う分析フローを構築していくことが、今後の課題となる。

5. まとめ

樹脂(PET、PE、PS、PP)と付着物候補(植物油、ミシン油、醤油)について単体および混合の状態で FT-IR による計測結果の波形データ収集を実施後、AI である NNC を用いた機械学習を行い、それぞれの試料に対して識別ができるか評価を行った。機械学習後に各種ごとのデータに評価を行った結果、試料毎の識別ができることを確認できた。また、識別に必要となる時間を、従来の方法から大幅に短縮することが可能になることを確認できた。

本評価方法を用いることで、分析担当者の違いによる評価結果や分析時間のばらつきを極力軽減した形で、県内企業に迅速に分析結果の提供ができると考えられる。