# 山形県工業技術センター報告

### REPORTS OF YAMAGATA RESEARCH INSTITUTE OF TECHNOLOGY

No. 40 (2008)

山形県工業技術センター

YAMAGATA RESEARCH INSTITUTE OF TECHNOLOGY

論 文

- 紅花花弁入り楮からめ糸の開発 .....1 月本久美子 向俊弘
- ドライプロセスによるめっき被膜の界面特性向上.....5 加藤睦人 三井俊明 藤野知樹
- 小径ダイヤモンド電着軸付砥石の長寿命化を目指した目づまり現象の調査 ...... 12 一刀弘真
- 超精密直動案内機構のマイクロダイナミクス .....16 小林庸幸 岡崎祐一
- 超精密研削加工における超砥粒ホイールの高精度成形に関する研究 ......19 松田丈 金田亮
- ダイヤモンド平バイトによる単結晶シリコンの高能率旋削加工技術の開発 ...... 22 齊藤寛史

渡部善幸 阿部泰 岩松新之輔 髙橋義行 佐藤敏幸 丹野裕司

- - 高橋義行 佐藤敏幸 橋本智明 田中善衛 松田丈 小林庸幸 村尾純一 石山和浩 小沼雅樹 大山裕司 板垣文則

- 粘性物質を含有する農産物を利用した食品の物性改良 ......54 野内義之 飛塚幸喜 安食雄介
- ・紅さやか '(サクランボ) ポリフェノールの生理機能と加工利用 ......59 菅原哲也 石塚健 五十嵐喜治

### CONTENTS

Papers

Development of safflower petal yarn twined by paper mulberry 1 Kumiko TSUKIMOTO Toshihiro MUKAI
Improvement of bonding strength at the interface between electroless Ni-P filmand Pb-free solder by using dry-process treatment5Mutsuto KATOHToshiaki MITSUITomoki FUJINO
Effects of sonication and CNT additives on Ni-Based CNT Composite electroplating
A Research of The Loading Process to Increase The Tool Life Using Micro Diamond Electroplated Tools
Micro-dynamics of Ultra-precision Single-axis Stage with Linear Bearings 16 Tsuneyuki KOBAYASHI Yuichi OKAZAKI
Study on High Accurate Forming of Superabrasive Wheel in Ultra precision Grinding 19 Takeshi MATSUDA Ryo KANEDA
Development of High-efficiency Turning of Single Crystal Silicon with a Straight-Nosed Diamond Tool 22 Hiroshi Saito
Groove Processing on Silica Glass using Micro Diamond Electroplated Tools - Influence of Tool-end Profile on the Surface Roughness

### 

High Sensitive Conductivity	Sensors for M	licro Analysis System u	sing	
Micro Interdigitated Electro	des			41
Shinnosuke Iwamatsu	Yutaka Abe	Yoshiyuki Watanabe	Toshiyuki Sato	Yuji Tanno

Physiological function and Proc	cessing utilization of	Polyphenols in		
Sweet Cherry c.v Benisayaka				59
	Tetuya SUGAWARA	Ken ISHIZUKA	Kiharu IGARASHI	

Abstracts	. 63	3
-----------	------	---

### 紅花花弁入り楮からめ糸の開発

月本久美子 向俊弘

### Development of safflower petal yarn twined by paper mulberry

Kumiko TSUKIMOTO

**Toshihiro MUKAI** 

### 1 緒 言

繊維業界では,環境に優しい繊維素材の台頭 で,イラクサ(麻),竹繊維,抄繊糸(和紙)などの 天然植物繊維が盛んに使用されてきている。ま た,地域にある資源を活用したものづくりにも関 心が高まっていることから,当場では平成14年 度に,白鷹町深山地区で生産された楮繊維(和紙 の原料)を綿糸にからめた「楮からめ糸」を開発 した。平成17年度にはさらなる高付加価値化を 目指し,最上紅花の花弁を付加した「楮からめ糸」 を試作し,企業と共同で織物商品を企画開発し た。しかし,手作業による糸製作では手間と時間 がかかるため,作業の効率化を図ると共に,糸の 完成度を高めながら,地域の文化的資源を活用し た山形に特化した繊維製品の開発に取り組んだ。

### 2 実験方法

楮からめ糸は,数本の綿糸を芯糸として楮液中 を走らせ,楮を絡ませながら枠に巻き取り乾燥さ せて製作する(図1)。



#### 2.1 花弁付加技術

花弁付加技術は,花弁を楮液中に均一に分散さ せ楮と共に芯糸に絡ませた。

### 2.2 花弁脱落防止技術

花弁は楮と共に芯糸に絡ませているため,取り 扱いにより脱落する危険性がある。そこで, 樹 脂バインダーによる化学処理, 撚糸技術による 物理処理, 他素材のカバリングによる物理処理 を用いて脱落防止を試みた。

2.3 糸製作の半自動化

楮液を通した糸を巻き取る際は,糸が巻き取り 枠の一箇所に集中しないよう,手作業により集束 器を巻き取り枠の軸と平行に振りながら行って いた。しかし糸製作の安定化と効率化を図るた め,巻き取り枠を自動で振らせる方法,糸自 体を自動で振らせる方法について検討し半自動 化を試みた。

2.4 糸バリエーションの多様化

楮からめ糸は,紅花以外にも小さいものであれ ば付加することが可能である。そこで,空気清浄 効果やリラックス効果のある機能性材料の付加 を試みた。また,製品によって求められる糸が異 なるため,太さや色のバリエーションを増やすこ とに取り組んだ。

2.5 繊維製品の試作

織物の企画は,テキスタイルデザインシステム を活用し,糸製作シミュレーションや織上りシミ ュレーションで試作糸がより引き立つよう検証 しながら行った。

### 3 実験結果および考察

3.1 花弁付加技術

花弁付加技術については,花弁が楮液中で均 ーに分散し,楮と共に芯糸に絡まる必要性があ った。また,使用した花弁は摘み取った後乾燥 させた乱花であるため,水との親和性の向上と 水溶性黄色素の除去のため,数日水に浸漬する 必要があった。

花弁入り楮液の調製は,水に楮を入れ充分に 解きほぐした後,分散剤として PVA 糊剤を加 え花弁を添加した。しかし,花弁が偏って分散 しなかった。そこで,楮と同時に花弁を添加し その後 PVA 糊剤を加えたところ,花弁は楮と 共に分散し所定の楮液を調製することができた。

芯糸となる綿糸(40番手)の本数は,芯糸へ の楮・花弁の絡み状態(芯糸が目立たないこと, 楮が外力によって移動や剥離しないこと)と試 作糸の強度(9.8N以上)で検討したところ,5 本以上が適切であった。

3.2 花弁脱落防止技術

樹脂バインダーによる化学処理

アクリル系やウレタン系バインダーを用いて 化学処理を行った。その結果,3%エマルジョ ン溶液で糸形状や風合を損なうことなく,約 50%の花弁脱落防止効果が得られた。

### 撚糸技術による物理処理

撚糸は,イタリー式撚糸機を使用した。加撚 機構を図2に示す。



図2 加撚機構

1) 中空スピンドル内を通した糸は,スピン ドル内壁との間に摩擦があり,スピンドルを回 転させることによって撚が生じる。一方,糸は 送出部,巻取部で把持されていることから,ス ピンドルの上側で回転方向の撚,下側で回転方 向とは逆の撚がかかる(仮撚加工)。

2) 糸は,送出部から巻取部へ連続移動して いることから,理論的に撚は相殺されて無撚と なる。しかし,糸の太さ斑(スピンドル内壁と の摩擦斑)等により,撚は均一に相殺されず, ランダムな特徴のある撚斑が生じた。 これらにより、これまでにない意匠撚糸風の 糸を試作することができた。撚数は撚バランス (撚糸の安定性)を検討した結果、500(T/M) 前後が適切であった。試作糸は、目的とした花 弁脱落防止機能も兼ね備えていた。

他素材のカバリングによる物理処理

物理処理として、他素材によるカバリング技 術を用いた。カバリング方法は,駆動装置とし て緯糸管巻機を使用し,撚糸機構はフライヤー 方式を採用した。この方式は,カバリング糸を 巻いたボビンを糸が解除する方向に回転させる ことによってフライヤーも同方向に回転し,糸 はボビン中央を通した楮からめ糸に絡まりなが らカバリングされることが確認できた(図3)。

楮からめ糸に撚りをかけることなくカバリン グすることにより,楮からめ糸の特徴を維持し ながら,花弁脱落防止機能を付加することがで きた。また,カバリング糸に色糸を使用し巻き 取り速度を可変することにより,糸に様々な装 飾性を付加することも可能であり,さらなる高 付加価値化が期待できる。



図3 他素材のカバリング

3.3 糸製作の半自動化

巻き取り枠を振らせる方法

巻き取り枠を振らせた半自動化装置を図4に 示す。この機構は、巻き取り枠の回転をハート カムにより回転軸の振りに変換した。巻き取り 枠を回転させるとハートカムが回転し、ハート カムが接触しているシャフトが上下する。この シャフトは巻き取り枠の回転軸と連結してお り、その軸は左右に移動する。このことで巻き 取り枠を振らせる自動化が達成できた。しかし、 巻き取り量の増加と共に動作不良を起こす危険 性があるため、今後の課題となった。



図4 巻き取り枠を振らせる装置

糸自体を振らせる方法

糸自体を振らせた半自動化装置を図 5 に示 す。その機構は、二重螺旋状に溝を切ったドラ ムを介して糸を振らせた。糸を振らせる装置は、 巻き取り装置と分離し、駆動は巻き取り装置と 同期させた。このことで糸自体を振らせる自動 化は達成できた。



図5 糸自体を振らせる装置

3.4 糸バリエーションの多様化

紅花以外に付加する機能性材料として,炭パ ウダーやラベンダー等を試したところ,紅花と 同じように付加することができた。

また,糸の太さは芯糸本数を変えることで幅 2mm~6mm となった。色については,楮を紅 花・藍・ウコンで染色し,その3色の組合せで 様々な色糸を作製することができた(図6)。



図6 試作糸

3.5 繊維製品の試作

帯『紅流し手織り帯』

試作糸は緯糸として使用するが,織物は経糸の密度や色によって緯糸の見え方,織物の雰囲気が変わってくるため,各種条件による織上が りシミュレーションで検証を行った。

その結果,緯糸の紅花が目立つ経糸密度は12 本/cmの場合であり,また,紅花が咲く時期の イメージを想起させる経糸の色は生成の場合で あった。

これらのデータを基に,経糸は生成の玉糸及 び紬糸を使用し,密度は12本/cmに設定した。 緯糸は試作糸と草木染めをした紬糸を織り交ぜ ながら製織し帯を作製した(図7)。



図7 紅流し手織り帯

屏風・照明具『花色の薫りくつろぎ織屛風』 機能性材料を付加した試作糸では,紅花によ る視覚的な美しさと炭パウダーによる空気清浄 効果,ラベンダーの芳香によるリラックス効果 をねらった屛風を作製した(図8)。(平成18 年度公設繊維関連試験研究機関の試作展で優秀 賞を受賞)



図8 花色の薫りくつろぎ織屛風

服飾雑貨

ポーチやバッグ(小)は,太くしっかりした糸 (芯糸8本)を使い,裏地を付けるバッグ(大)や 薄手のストール,和綴じ本の表紙等は,細い糸 (芯糸3~5本)を使って繊細な風合いを出した (図9)。



図9 繊維製品の試作

4 結 言

紅花花弁入り楮からめ糸の開発と繊維製品を 試作した結果をまとめると次のとおりである

1)紅花花弁付加技術については,楮と同時 に花弁を添加し,その後分散剤として PVA 糊 剤を加えることによって,花弁は楮と共に分散 し所定の楮液を調製することができた。また, 芯糸は40番手で,5本以上が適切であった。

2)紅花花弁脱落防止技術については,アクリ ル系やウレタン系バインダーで,3%濃度を上限 とし化学処理することにより,糸形状や風合を損 なうことなく約50%の花弁脱落防止効果が得ら れた。また,撚糸や他素材のカバリングによる物 理処理では,糸の特徴を保持しながら花弁の脱落 を防止することと,これまでにない意匠撚糸風 の糸を作製することができた。

3) 糸製作の半自動化については,巻き取り枠 を振らせる装置と糸自体を振らせる装置共に自 動化が可能となり,糸製作の安定化と効率化を図 ることができた。しかし,巻き取り枠を振らせる 装置は,巻き取り量の増加と共に動作不良を起こ す危険性があるため,今後の課題となった。

4) 糸バリエーションの多様化については,機 能性材料の付加や色および芯糸本数の調整によって,用途に合わせた糸を作製することができた。

5)繊維製品の試作については,テキスタイ ルデザインシステムを活用し,糸作製シミュレ ーションや織上りシミュレーションで試作糸が より引き立つよう検証しながら行うことによっ て,所定の繊維製品を試作することができた。 また,製品の用途や雰囲気に合わせた糸作製によ り,試作糸を活かした製品開発ができた。 ドライプロセスによるめっき被膜の界面特性向上 (平成19年度価値創造型研究開発推進事業)

加藤睦人 三井俊明 藤野知樹

Improvement of bonding strength at the interface between electroless Ni-P film and Pb-free solder by using dry-process treatment

Mutsuto KATOH Toshiaki MITSUI Tomo

Tomoki FUJINO

### 1 緒 言

現在, EU 諸国の RoHS 指令を受け,電子情報 関連分野において鉛を含まないはんだ(鉛フリー はんだ)を使用する動きが一般化してきている。 それに伴い,プリント基板のパッド部のうち従来 一般的であった銅箔製のパッドは鉛フリーはん だとの親和性に乏しいことから,より鉛フリーは んだとの親和性の高い無電解ニッケル - りん/金 めっき製のパッドが採用されることが多くなっ た<sup>1)</sup>。しかし,無電解ニッケル - りんめっきと 金めっきの界面におけるリンの濃化や汚染によ り,はんだが濡れない異常(接合不良)が多く報 告されるようになった。この不良は,はんだが剥 がれた跡の外観が黒く見えることから「ブラック パッド」不良と呼ばれている<sup>2)-4)</sup>。

本研究は、ブラックパッド不良の中でも汚染に よる接合不良に着目し、再現実験による汚染層の 形成原因の特定を行った。さらに、この汚染層を 清浄性の高いドライプロセスを用いて除去し、ニ ッケル - りんめっきとはんだとの親和性の向上 を試みた。

### 2 実験方法

2.1 評価用基板

本研究では,電子機器で使用される基板のうち,ドライプロセスの応用が容易な半導体デバイス用 BGA (Ball Grid Alley)基板を想定した。 用いた BGA 基板を図1に示す。BGA 基板には 銅パッドの開口部を有するガラス布基材エポキ シ基板(FR-4)用いた。パッド開口部は 0.6mm 径のオーバーレジスト処理とし,1.5mm 間隔で 15×15 個の格子状に配列したものを採用した。

2.2 ブラックパッド再現実験

はじめに BGA 基板の銅パッドに無電解ニッケ



図 1 実験用 BGA 基板外観

ル - りんめっきを行った。BGA 基板を ICP クリ ーン(奥野製薬工業(株)製,1min 浸漬)によっ て脱脂した後,水洗した。続いてソフトエッチ (Na2S2O3 150g/L・H2SO4 10ml/L,1min 浸 漬),水洗,デスマット(H2SO4 100ml/L,1min 浸漬),水洗,プリディップ(HCl 100ml/L,1min 浸漬)の処理を行った後,ICP アクセラ(奥野製 薬工業(株)製,1min 浸漬)により活性化処理を 行い, ICP ニコロン(同社製,中リンタイプ, 80,30min,540rpm)で無電解ニッケル-り んめっきを行った。

無電解ニッケル - りんめっき処理を施した BGA 基板に各種水準の処理を行ってブラックパ ッド発生条件の検討を行った。水準は, めっき 液残りによるりん濃化を想定した無洗浄高加湿 雰囲気(100, 飽和水蒸気雰囲気, 30min)で 放置したもの, 未反応めっき液の残渣を想定し た無洗浄高温乾燥雰囲気(100, 30min)で放 置したもの,およびリファレンスの めっき後す ぐに洗浄を行ったものの3種類とした。各水準と も硫酸による酸洗浄の後, IM GOLD(日本高純 度化学(株)製, 70, 10min)により無電解金め っきを施した。

2.3 ドライプロセス処理

2.2 で得られたブラックパッド発生条件によっ て作製したブラックパッド基板に,ドライエッチ ング処理(DC2kV, 5mA, O2, 15Pa, 5min) を施した後,同一チャンバー内でスパッタ (DC2kV, 5mA, Ar, 3min)によって金薄膜を 成膜した。ドライプロセス処理装置の概略図を図 2に示す。

#### 2.4 接合強度の評価

2.2 および 2.3 で作成した各 BGA 基板に,ク リームはんだ(千住金属工業(株)製 M705: Sn-3%Ag- 0.5%Cu)を厚さ100µmで印刷した 後,はんだボール( 0.76mm,日立金属(株)製 Sn-3%Ag-0.5%Cu)を搭載した。その後,BGA 基板を 250 に加熱した電気炉(大気雰囲気)内 に15min 静置し,パッドとはんだボールの溶融 接合を行った。接合後,ボンドテスター(Dage 社製 Series 4000,ロードセル BS5KG,テスト 高さ100µm,テスト速度 8.3µm/sec)を用い, ボールのシェア強度を測定し,接合強度の評価を 行った。

### 3 実験結果および考察

### 3.1 ブラックパッドの再現実験

図3に,無電解ニッケル-りんめっき後の各 処理におけるブラックパッド発生状況の外観写 真を示す。金めっき前には高温乾燥雰囲気条件 と高温加湿雰囲気条件の両方でブラックパッド の発生が確認されたが,金めっき後には高温乾 燥雰囲気条件だけにブラックパッドの発生が観 られた。このことから,汚染によるブラックパ ッドはパッド部にめっき液が残留して乾燥する ことで発生することがわかった。この状態はめ っき工程における洗浄待ちの状態を想定してお り,ブラックパッドは通常の量産のめっき工程 内においても上記の条件で発生し得るものと推 測される。

### 3.2 接合強度の評価

図4に,無電解ニッケル-りんめっき後の処 理方法とはんだ接合強度(シェア強度)との関 係を示す。高温加湿雰囲気条件ではリファレン スと同等の結果となっているが,高温乾燥雰囲 気条件では平均強度が小さく,ばらつきが大き く共に悪化することがわかる。従って無洗浄で あってもパッドが乾燥しなければ強度の低下が 起こらないと言える。また,高温乾燥雰囲気条 件でドライプロセス処理を行ったものは,他の 水準より高い強度を示している。



Ar ガ<u>ス(</u>金成膜時) O<sub>2</sub> ガス(ト<sup>\*</sup> ライエッチンク<sup>\*</sup>時) 図 2 ドライプロセス処理装置概略







めっき後洗浄・乾燥

図3 無電解ニッケル - りんめっき後の処置 の違いによるブラックパッド発生状況外 観写真(金めっき後外観)



図 4 無電解ニッケル - りんめっき後の処置 の違いとはんだ接合強度(シェア強度) の関係

図5に無電解ニッケル-りんめっき後の処理 方法とはんだ接合強度(プル強度)との関係を 示す。シェア強度試験と同様に,高温乾燥雰囲 気条件での強度のばらつきが大きくなってい る。また,高温乾燥雰囲気条件でドライプロセ ス処理を行ったものも,シェア強度試験と同様 に平均破壊強度が高くなっている。これに加え, 強度のばらつきが極めて小さくなっていること がわかる。以上のことから,無電解ニッケル-りんめっき後のドライプロセス処理は,接合強 度の改善とばらつき低減に効果が有ると言え る。

### 4 結 言

(1)汚染層の生成によって発生するブラック パッドは,無電解ニッケルめっき最表面に残った めっき液が乾燥して生じた残渣によるものであ る。

図 5 無電解ニッケル - りんめっき後の処理 の違いとはんだ接合強度(プル強度)の関係

(2)酸素を用いたドライプロセス処理(ドライ エッチング)は,ニッケル-りんめっき最表面の 汚染層に作用し,はんだとの親和性(接合強度) を向上させることが可能である。

#### 文 献

- 1) 渡辺徹:ナノ・プレーティング、日刊 工業新聞社, p.111 (2004)
- 近藤和夫:初歩から学ぶ微小めっき技術,工業調査会, p.173 (2004)
- 3) R.F.Champaign et al : Circuits Assembly, January,p.22-24 (2003)
- 4) 長谷川清ら : 表面技術, 57, No.9, P.616-621 (2006)

### 強力超音波および CNT 添加量が CNT 複合 Ni めっき被膜形成に及ぼす影響 【(独) 新エネルギー・産業技術総合開発機構 平成 18 年度産業技術研究助成事業】

鈴木 庸久 加藤 睦人 三井 俊明 藤野 知樹 齊藤 寛史 小林 誠也

Effects of sonication and CNT additives on Ni-Based CNT Composite electroplating

### Tsunehisa SUZUKI Mutsuto KATO Toshiaki MITSUI Tomoki FUJINO Hiroshi SAITO Seiya KOBAYASHI

Ni-based CNT composite coatings were deposited by electroplating with several agitation methods using a nickel sulphamate plating bath containing 0-10 g/l CNTs, which were typically 10 nm in diameter and 0.1-10  $\mu$ m in length. Horn sonication method, which ultrasonic horn immerses and directly vibrates to plating bath, improved the dispersion of CNT in plating bath and in Ni matrix. The surface roughness of the coatings was improved to 0.1  $\mu$ m Ra by horn sonication method. The amount of CNTs in the coatings was increased with the concentration of CNT additives in plating bath. On the other hand, Vickers hardness of the coatings increase with increasing CNT content up to its maximum value at about 1-2 g/L CNT and then decrease. XRD analysis also indicates that the crystalline structures of the coatings were changed at about 1-2 g/L in CNT concentration.

1 緒 言

我々は,機械的強度,熱伝導性等に優れるカ ーボンナノチューブ(CNT)を, 電解めっきに よりニッケルや銅に含有させた CNT 複合めっ き被膜を開発し,ダイヤモンド電着砥石,放電 加工用電極への応用を検討してきた。CNTの複 合化により, 砥粒保持力の向上<sup>1)</sup>および電極の 低消耗化<sup>2)</sup>を確認したが,被膜中の CNT 含有 量の不均一が一因と考えられる性能のばらつ きが見られた。これまで,めっき浴中の CNT 分散性およびめっき被膜中の CNT 含有量の均 一性の改善に,バス方式の超音波攪拌が有効で あることを示した 1,2)が,本報告では,さらにホ ーン方式の超音波攪拌を検討し,強力超音波お よび CNT 添加量が CNT 複合 Ni めっき被膜の 表面粗さ,硬さ,結晶構造,CNT 含有量に及ぼ す影響を調べた。

### 2 実験方法

実験には,平均直径10nm,長さ0.1~10µm の多層CNT(Nanocyl製)を添加したスルファ ミン酸Ni浴(Ni(NH<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O: 500 g/L, NiCl<sub>2</sub>・6H<sub>2</sub>O: 4 g/L, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>: 33 g/L)を用いた。 表1に示すめっき条件で,攪拌方法およびCNT 添加量を変えてCNT 複合Ni めっき被膜を形成 した。攪拌方法は,マグネティックスターラを 用いた回転攪拌,超音波洗浄機を用いたバス方 式(38kHz,100W)あるいは直径 22mm のチタ ン合金製超音波ホーンを用いたホーン方式 (27kHz,200W)による超音波攪拌を用い,めっ き処理中は常に攪拌を行った。ホーン方式で は,めっき母材をホーン振動面の直下に配置し た。被膜の表面粗さは3次元表面構造解析顕微 鏡(Zygo 製 NewView200)で測定し,被膜硬 Table 1 The plating bath and the operation conditions for CNT composite electroplatings.

Bath	Nickel Sulphamate plating bath
CNT size	diameter 10 nm, length 0.1-10 μm
CNT in bath	0 - 10 g/L
Agitation method	<ol> <li>1) Rotaional stirring</li> <li>2) Bath sonication</li> <li>3) Horn sonication</li> </ol>
Bath temperature	45 °C
Current density	5 A/dm <sup>2</sup>



Fig. 1 The SEM images of Ni-based CNT composite coating electroplated by using rotational stirring method.

10 µm



Fig. 2 The SEM images of Ni-based CNT composite coating electroplated by using bath sonication method.



Fig. 3 The SEM images of Ni-based CNT composite coating electroplated by using horn sonication method.

さは被膜断面に対してマイクロビッカース硬 度計(Akashi 製 HM-124)で測定した。表面 モルフォロジーの観察,被膜断面からの結晶粒 径の観察は,電子顕微鏡(FEI 製 Quanta400)で 行った。被膜断面は,研磨およびマーブル試薬 でのエッチング後に観察した。被膜の結晶配向 性は,X線回折パターン (Rigaku 製 RINT2500V)から Willsonの式<sup>3)</sup>より求めた。 めっき被膜中の炭素含有量は,マーカス型高周 波グロー放電発光表面分析装置(堀場製作所製 GD-Profiler2)を用いて測定した。

### 3 実験結果および考察

図1,図2,図3に,それぞれ回転攪拌,バ ス方式およびホーン方式超音波攪拌を用いて 形成しためっき被膜の表面および断面の SEM 写真を示す。被膜の形成には,CNTを 1.6g/L 添加しためっき浴を用いた。図1,図2,図3 より,回転攪拌,バス方式超音波攪拌,ホーン 方式超音波攪拌の順に,表面の凹凸および結晶 粒径が小さくなることが分かる。ホーン方式超 音波攪拌では,表面粗さの著しい改善が見ら れ,表面粗さ 0.1µmRa が得られた。表面粗さ の改善と結晶粒の微細化は,強力超音波により CNT 分散状態が改善され,取り込まれる CNT 凝集体のサイズが小さくなったこと,核成長が 抑えられ,核生成速度が高められたことに起因 すると考えられる。

図4に,ホーン方式超音波攪拌を用いて CNT 添加量 0.2~5g/L のめっき浴により形成しため っき被膜(膜厚約 20µm)を GD-OES により分 析した炭素含有量の深さ方向分布を示す。炭素 成分は,主に被膜に取り込まれた CNT である と考えられるが,分散剤の取り込みの影響もあ る。したがって,炭素含有量は,被膜中の CNT 含有量の絶対量を示すものではないが,相対的 に CNT 含有量を比較する指標といえる。図4 の炭素含有量の深さ方向分布より,CNT は,被 膜表面近傍に多く,深さ方向に徐々に減少する ことが分かった。

バス方式およびホーン方式超音波攪拌を用 いて形成した被膜の炭素含有量,被膜硬さ,結 晶配向性をそれぞれ図5,図6,図7に示す。 図5は,被膜表面から深さ約5µm での炭素含 有量を比較したものであり,炭素含有量は,め



Fig. 4 Depth profile of carbon composition in Ni-based CNT coatings



Fig. 5 Carbon composition of coatings versus the concentration of CNTs in electroplating bath.



Fig. 6 Vickers hardness of coatings versus the concentration of CNTs in electroplating bath.



Fig. 7 Orientation index of coatings versus the concentration of CNTs in electroplating bath.

っき浴へのCNT添加量の増加とともに増加し, CNT 添加量 5g/L のとき炭素含有量は約 0.02wt%となる。CNT 添加量 2g/L での比較か ら,ホーン方式はバス方式に比べて炭素含有量 が多く, CNT の共析が多くなることが分かっ た。一方,図6より,被膜硬さは CNT の添加 により硬さが向上し, CNT 添加量 1g/L で約 550HV に達するが, それ以上 CNT を添加する と硬さが下がり ,CNT添加量10g/Lで約400HV となる。図7より,結晶配向性は,CNT添加な しで(200)配向, CNT 添加量 1~2g/L でやや (111)配向を示すものの,ほぼ無配向となり, CNT 添加量 5g/L で再び (111)配向を示した。 被膜硬さが CNT 含有量に比例しないこと, CNT 添加量に対する被膜硬さと結晶配向性の 傾向がともに添加量1~2g/L付近で変化するこ とから,被膜硬さの向上は,CNT添加による結 晶構造の変化に起因するものと考えられる。

### 4 結 言

強力超音波および CNT 添加量が CNT 複合 Ni めっき被膜に及ぼす影響を調べたところ,以 下のことが明らかになった。 (1) ホーン方式の超音波攪拌は、被膜の表面粗 さの改善、結晶粒の微細化に有効である。

(2) 被膜硬さは、CNT 添加量 1~2g/L で 500HV
 以上に増加するが、さらに CNT 添加量を増や
 すと低下する。

(3) 被膜硬さの変化は、CNT 含有による結晶構 造の変化と相関が見られる。

### 謝 辞

本研究の一部は,NED0 平成 18 年度産業技術 研究助成事業の助成により行われました。ここ に感謝の意を表します。

### 文 献

T. Suzuki et al., Proceedings of 16th
 International Conference on Composite
 Materials, CD-ROM, July 2007
 T. Suzuki et al., International Journal of
 Electrical Machining, 13 (2008) 41-44
 K. S. Willson et al., Tech. Proc. American
 Electroplaters Society, 51 (1964) 92-95

### 小径ダイヤモンド電着軸付砥石の長寿命化を目指した目づまり現象の調査 【価値創造型事業(若手スタートアップ推進課題)】

一刀弘真

A Research of The Loading Process to Increase The Tool Life Using Micro Diamond Electroplated Tools

#### Hiromasa ITTO

### 1 緒 言

セラミックや石英ガラスなどの脆性材料の 高アスペクト比小径穴加工は、ディーゼルエン ジン部品、光ファイバー整列ブロックや半導体 製造装置部品などに利用が期待される技術で ある。加工対象が硬いため、工具の材質はダイ ヤモンドを選択することになるが、単結晶ダイ ヤモンド工具は高価でコストの面で生産に利 用することが難しい。そのため、安価なダイヤ モンド電着軸付砥石(以下,電着砥石と略記)で の加工を検討してきた<sup>1),2)</sup>。これまでの検討か ら小径の電着砥石は、品質の不均一により工具 折損までの工具寿命にばらつきが大きく、工具 交換時期を予測できないことがわかった。実用 化のためには、工具交換時期の把握や、コスト 低減のため更なる工具の長寿命化が必要である。

電着砥石の折損の原因の一つは,目づまりに よる切れ味の低下である。目づまりによる加工 抵抗の変化から,目づまりの発生が予測できれ ば加工を中断し電着砥石の折損を回避でき,工 具交換も可能になる。また,目づまり洗浄による 砥石の研削能力の回復により砥石としての再生 から,長寿命化が期待できる。

本研究では,工具寿命のばらつきが大きい電 着砥石の長寿命化を図るため,加工状態をイン プロセスで計測し加工にフィードバックする技 術の開発を目指し,目づまりにいたるプロセス を加工抵抗の変化から解明することを検討した。

### 2 実験方法

2.1 加工抵抗の測定と解析ソフト開発

目づまりにいたるプロセスを加工抵抗の変化 から解明するため,プログラム開発言語 LABViewを用い,ステップフィードでの穴加工 時における加工抵抗の変化を監視,解析,デー タ収録を行うソフトを作成した。

実験装置の構成は,図1のとおりである。図

の切削動力計により加工抵抗を測定した。図2 に,ステップフィード加工で測定されるスラス ト方向の加工抵抗の波形を示す。図3は,各ス テップの加工抵抗の波形を抽出し重ねたもので ある。加工の進行に伴い検出波形の形や大きさ の変化が確認できる。



この波形の変化から,目づまりの進行を予測す る以下の4項目の解析項目を選定した。(図4) 加工抵抗と時間の関係を示す検出波形 しきい値0.2N以上の加工抵抗の検出時間 (以下,加工抵抗検出時間と略記) 1ステップ加工ごとの加工抵抗の最大値 (以下,加工抵抗最大値と略記) 工具上昇時に検出される負の加工抵抗 (以下,引き抜き抵抗と略記)



図4 解析項目

図5に,インプロセス計測ソフトの操作画面 を示す。開発したソフトは,加工と同時に計測・ 解析を行い,1ステップ加工ごとに4項目の解析 結果を表示する。工具折損が予測される加工抵 抗最大値に達した際にはアラームが点灯する。 これにより,目づまりの発生を検出し工具の破 損前に加工を中断したり,目づまり直後の工具 の状態観察が可能になる。

2.2 実験条件

作成したソフトを利用し,目づまりを監視し ながらアルミナセラミックスと石英ガラスの穴 加工を実施した。加工方法は,ステップ加工と し,アルミナセラミックスの加工条件を表1に, 石英ガラスの加工条件を表2に示す。加工中に 目づまりの発生が予測される解析結果が表示さ れた際には,加工を中断し,電着砥石の目づま り状態を実体顕微鏡(HOZAN 製L825-L814) で観察した。



図5 インプロセス計測ソフト

主軸回転数	$50000[min^{-1}]$
切り込み速度	0.05[µm/rev]
切り込み	10.0[µm/step]
加工深さ	2[mm]
加工液	水溶性研削液 50 倍希釈
工 具	0.5㎜ダイヤモンド電着軸付砥石
	# 600
被削材	アルミナセラミックス(99.5% HRA92)

表1 アルミナセラミックスの加工条件

表2 石英ガラスの加工条件

主軸回転数	$50000[min^{-1}]$
切り込み速度	0.05[μm/rev]
ステップ量	30.0[µm]
加工深さ	1.0[mm]
加工液	水
工 具	0.3mm ダイヤモンド電着軸付砥石
	# 600
被削材	合成石英ガラス

3 実験結果および考察

3.1 アルミナセラミックスの加工抵抗と 目づまりの関係

図6に,セラミックス小径穴の加工抵抗波形の変化を示す。加工の進行に伴い,加工抵抗は 大きくなり,目づまりの発生と考えられる5~ 20 ステップでさらに上昇する。同時に引き抜き抵抗,加工抵抗検出時間の変化が見られた。 これらの変化が検出された後,工具観察を行ったところ,図7に示す工具底面の目づまりが確認された。アルミナセラミックスの加工において目づまりの発生を加工抵抗の解析からイン プロセスで確認することができた。



図6 セラミックス小径穴の加工抵抗波形の変化



図7 工具底面の目づまり(セラミックス)

3.2 石英ガラスの加工抵抗と目づまりの関係 図8に,工具底面の目づまりの様子を示す。 6 穴目までは加工穴数に伴い,切りくずの堆積 量が増加しているが,9 穴目では目づまりした 切りくずが剥離していた。

図9に,9穴目の加工の際の加工抵抗波形を 示す。2~4 ステップ目に加工抵抗の急激な上 昇が確認できるが,最終の34ステップ目には 加工抵抗が加工初期程度まで回復している。こ のことから,石英ガラスの目づまりに関して は,ある程度切りくずが工具底面に堆積すると 目づまりした切りくずが剥離し,研削能力が回 復する現象が起こっているものと予測される。



図8 工具底面の目づまり(石英ガラス)



図9 9 穴目加工時の加工抵抗波形

図 10 に,工具折損に至った加工穴の加工抵 抗検出時間とステップごとの加工抵抗最大値の 変化を示す。ともに工具折損に至る2ステップ 前から加工抵抗検出時間,加工抵抗最大値,と もに急激に上昇することを確認した。本実験で は,変化の発生が検出された直後の加工停止を 行わなかった。これは,先に述べた切りくず剥 離による研削能力の回復を期待したためであ る。また、セラミックスに比べ解析結果が2~3 ステップの間に急激に変化することも工具折 損を回避できなかった原因である。複数の実験 でも同様の現象が発生しており,石英ガラスの 小径穴加工においては,切りくず剥離による研 削能力の回復と,加工抵抗最大値など解析結果 の急激な上昇についてメカニズムを解明する 必要があることがわかった。



図 10 石英ガラスの小径穴加工抵抗検出時間と 加工抵抗最大値の変化

4 結 言

電着砥石の長寿命化を図るため,加工状態を インプロセスで計測し加工にフィードバックす る技術開発を目指し,目づまりにいたるプロセ スを加工抵抗の変化から解明することを検討し た。その結果,次の知見を得た。

- 目づまりにいたるプロセスを加工抵抗の 変化から明らかにするため,加工抵抗の変 化を監視,解析,データ収録を行うソフト を作成した。
- アルミナセラミックスの小径穴加工において加工抵抗の波形をインプロセスで計測,解析し,目づまりの発生を検出することができた。
- 石英ガラスの小径穴加工では、ある程度 切りくずが工具底面に堆積し目づまりをお こすと切りくずが剥離し、切れ味が回復す る現象が確認された。

#### 文 献

- 1) 芦野邦夫,鈴木庸久,今野高志,岡崎祐一
   : 山形県工業技術センター報告,No.37 (2005)14.
- 2) 芦野邦夫,鈴木庸久:山形県工業技術センター報告,No.38(2006)14.

### 超精密直動案内機構のマイクロダイナミクス

【平成 19 年度地域產業活性化支援事業】

小林庸幸\* 岡崎祐一\*\*

Micro-dynamics of Ultra-precision Single-axis Stage with Linear Bearings

Tsuneyuki KOBAYASHI<sup>\*</sup>

Yuichi OKAZAKI\*\*

### 1 緒 言

(独)産業技術総合研究所の事業である平成 19 年度地域産業活性化支援事業により,招へい 研究員として産総研で研究を実施した。

近年,「小さなものは小さな機械や工場で合理 的に生産する」という概念のもと,産総研のマイ クロファクトリや DTF 研究会等の先導的な研究 が活発に行われている。こうした流れの中で,省 エネルギー・省スペースの小型工作機械を低コス ト・高精度で実現するためには,従来の機械要素 を用いつつ,マイクロダイナミクス(微視的挙動) を十分に把握する必要がある。

本研究では,一般的な機械要素であるリニアベ アリング,ボールねじ,サーボモータで構成され る1軸ステージを用いて実験を行い,特にマイク ロダイナミクスに着目した特性評価を実施した。

### 2 実験方法

図1に実験装置を示す。1軸ステージは有限長 ストロークのリニアベアリング(直動転がり案 内),ボールねじ,およびカップリング(軸継手) を介して連結されたサーボモータで構成される。 ボールねじには予圧が付加されているため,バッ クラッシュ(すきま,ガタ)がない。カップリン グは,サーボモータとボールねじを剛に接続可能 なリジッドタイプ,およびそれらの心ずれを吸収 可能なディスクタイプの2種類を用いた。位置信 号および角度信号はそれぞれリニアエンコーダ およびサーボモータ内部のロータリエンコーダ により検出した。

制御方式は表1に示すトルク制御,セミクロー ズド制御およびフルクローズド制御で実験を行 った。いずれの制御方式でも,テーブル位置はリ



表 1 制御方式

制御方式	位置決め
	フィードバック信号
トルク	なし
制御	(トルク制御のみ)
セミクローズド	角度信号
制御	(ロータリエンコーダ)
フルクローズド	位置信号
制御	(リニアエンコーダ)

ニアエンコーダの位置信号により検出した。

\*工業技術センター(現 山形大学大学院 VBL) \*\*独立行政法人産業技術総合研究所

3 実験結果および考察

### 3.1 微小移動領域での挙動

リニアベアリングは通常のテーブル移動量の 場合転がり案内として機能するが,移動量が微 小になると非線形ばねおよび線形ばねと呼ばれ る特性が現れる<sup>1)</sup>。これは,転動体である"こ ろ"(または"ボール")が完全に転がり始め る前に現れる特性と考えられている。この特性 を確認するため,位置決めのためのフィードバ ック制御を行わず,モータのトルクのみを制御 し実験を実施し,トルクとテーブル位置の関係 を調べた。

これらの特性は、リニアベアリングおよびボ ールねじの両方で発生する可能性がある。本実 験で用いた1軸ステージにおいて、軸径6mm のボールねじが1回転すると、リニアベアリン グを介しステージが1mm移動する仕様となっ ている。すなわち、リニアベアリングの移動量 に対するボールねじの周方向の移動量は

 $2\pi r = \pi d = \pi \times 6 \approx 19$ 

より約 19 倍となる。よって,微小移動量にお ける各特性は,移動量の小さいリニアベアリン グに起因すると考えられる。

図2に,トルクを正弦波で与え,トルク振幅 周期を変化させたときの変位 - トルク曲線を示 す。トルク振幅 2~5mN・m ではヒステリシス をもつ典型的な非線形ばね特性が現れた。一方, トルク振幅 1 mN・m ではヒステリシスは見ら れず,線形ばね特性が確認された。

さらにトルク振幅を増加させていくと転がり 特性を示すようになるが,非線形ばね特性と転 がり特性の間に存在する遷移領域が本実験によ り確認された。図3にその一例を示す。

ここで遷移領域での挙動について考察する。 テーブル移動量0の初期状態からトルクが加え られると、図3の点線部で示す非線形ばね特性 が現れるが、あるトルクになったとき、矢印で 示される転がり領域に入る。ただし、ある変位 まで達すると再び非線形ばね領域に入ってしま う場合がある。その箇所には、転がり抵抗が大 きくなる、すなわち転がりを阻害する何らかの 障壁があると推測される。転がり案内面は微視 的には不均一であり、非線形ばね-転がりの変 化が不安定となる要因のひとつと考えられる。



図4 各領域の境界

以上より,各領域の境界をまとめたものを図 4に示す。

3.2 セミクローズド制御精度低下要因

図5に,1軸ステージを50nm ずつ20ステ ップ往復させ,制御方式およびカップリングを 変化させたときの指令値に対するテーブルの位 置ずれを示す。カップリングの種類にかかわら ず,フルクローズド制御と比較しセミクローズ ド制御の位置決め精度が低いことがわかる。こ の要因として,トルク変動,ボールねじのリー ド誤差,サーボモータの応答性,ボールねじ軸 のねじり等が考えられるが,このうちトルク変 動について検討した。

図 4 に示すように,与えるトルクの値に応じ 各特性が現れるため,テーブル位置が指令値に 近づく過程で,図6に示すような現象が予想さ れる。すなわち,

- 1)指令値にテーブル位置が近づくと、モー タのトルクが次第に減少するため、転がり 領域から非線形ばね領域に入ってしまう。
- 2)再びトルクを増加させることで転がり領 域に復帰する。

1),2)の繰り返しによりトルク変動が発生する と推測される。

この現象を確認するため,セミクローズド制 御でテーブルを10µm ストローク,1µm/sec で ゆっくりと1往復させる実験を行った。図7に, 指令値に対するテーブルの偏差を示す。点線お よび太矢印で示される非線形ばね特性および転 がり特性がそれぞれ確認される。このうち非線 形ばね特性により発生した偏差が蓄積され, 10µm 移動時には約0.2µmの偏差,すなわち指 令値に対する約2%の誤差となって現れること がわかる。

このことから,常に転がり領域となるよう 7mN・m 以上のトルクでテーブル位置制御を行 うことが精度向上につながると考えられる。

4 結 言

一般的な機械要素で構成された1軸ステージ を用い,マイクロダイナミクスに着目した実験 を実施したところ,以下の知見が得られた。

1)線形ばね特性,非線形ばね特性,転がり 特性に加え,遷移領域の存在が確認され た。



セミクローズド制御のトルク変動について検討した結果,常に転がり領域となるトルクでテーブル位置制御を行うことで,精度向上に寄与できる可能性を見出した。

### 文 献

1) S.Futami, A.Furutani and S.Yoshida : Nanotechnology, 1(1990)31-37.

### 超精密研削加工における超砥粒ホイールの高精度成形に関する研究

松田丈 金田亮

Study on High Accurate Forming of Superabrasive Wheel in Ultra precision Grinding

Takeshi MATSUDA Ryo KANEDA

### 1 緒 言

カメラや映像機器等を高性能かつ小型化する目 的で非球面レンズの採用が非常に多くなっている。 レンズの材質としては,耐熱性や耐食性が要求さ れる場合にはガラスが使用されており,同一形状 を大量生産するために金型を用いた成形加工が行 われている。ガラスは軟化点が高いため成形用の 金型には高温での材料特性の優れたセラミックス や超硬合金が用いられるが,これらの素材は硬度 が高く加工性が劣るため,金型を製作する際,固定 砥粒を用いた研削加工を行った後,遊離砥粒によ る研磨加工を経て仕上げることが一般的である。 しかし,研磨加工は特殊技術で技能を要するため, 製作に長時間を要する問題がある。そこで本研究 では,超硬合金製ガラスレンズ金型を固定砥粒を 用いた研削加工のみで鏡面に仕上げることを目的 に超砥粒ホイールの高精度成形について検討した。 前報1)においては、砥石の断面形状が加工物に転 写されるため,超精密加工には砥石を高精度に円 弧断面形状に成形した上で研削加工を行う必要が あること,砥石成形法の一つであるCG法におい ては自由な曲率に砥石を成形することができない ために加工可能な形状が限定されてしまうことを 述べた。

本報では、レジノイドボンドダイヤモンドホイ ールの作用面を円弧断面形状に高精度、かつ自由 な曲率に機上成形する新たな方法について検討を 行った。その後、成形した砥石で超微粒超硬合金を 非軸対称形状に研削加工し、形状精度と加工面粗 さを評価した。

#### 2 実験方法

実験に用いた加工機は高い運動精度と剛性を備 えた超精密非球面研削盤(㈱ナガセインテグレッ クス製 N<sup>2</sup>C-53US<sup>4</sup>N<sup>4</sup>)である。砥石は鏡面研削に 適したレジノイドボンドダイヤモンド砥石#1500 および#3000 を用いた。砥石成形は以下に示す方 法で行った。加工機に搭載された砥石軸と平行な 軸を持つ成形装置(平行ロータリードレッサ)を用 い,メタルボンドダイヤモンド砥石を成形工具(ツ ルア)として取付け,砥石とツルアを回転させ図 1 のように円弧状に相対運動させることで行った (以後,平行法という。)。この平行法において砥石 幅方向のRは,(砥石中心の移動R<sub>1</sub>)-(ツルアの軸 方向のR<sub>2</sub>)で決まるため,任意のRに成形すること が可能である。砥石成形条件を表1に示す。成形 後の砥石幅方向のRは,カーボンプレートをプラ ンジ研削することで測定した。



図1 平行法

表1 砥石成形条件

成形方法	平行法
砥石周速度	350 m/min
成 形 工 具 (ツルア)	メタル ボンド ダイヤモンド砥 石
ッルア周速度	800 m/min
送り速度	20 mm/min
切込み量	0.002mm

砥石幅方向の R は,前報で行った C G 法と比較 するため 125mm とした。

研削加工は,長さ(長辺)100mm×幅(短辺)3 0mmの超微粒超硬合金を図 2 に示す長辺 R400mmと短辺 R350mm で曲率半径の異なる凸 形状と,同一の曲率半径を持つ凹形状についてそ れぞれ実施した。曲面の創成は,加工点が図2のよ うにZ軸に平行になるようにX,Y,Z軸の同時3 軸制御で直線運動させ短辺 R350mmを創成し,両 端でX軸方向に0.05mmのステップ送りを与える ことにより長辺 R400mm を創成した。な お,#1500砥石では中仕上げ加工を,#3000砥石で は仕上げ加工を実施した。研削加工条件を表2に 示す。加工後の評価は,長辺方向と短辺方向の設計 値Rに対する形状誤差および表面粗さを比較する ことにより行った。形状測定は非接触三次元測定 装置(三鷹光器㈱製 NH-3SP)を,表面粗さ測定に は三次元表面構造解析顕微鏡(Zygo 社製 New View200)をそれぞれ用いた。

また,被削材である超微粒超硬合金は 93.5HRA の硬度を有し,その表面状態をSEMにより観察し た像が図 3(a)である。図中の白色部が WC 等の炭 化物,黒色部が Co 等であり粒径が 1µm 以下であ



表2	研削加丁条件	

砥石	SD1500B,SD3000B
砥石周速度	1200 , 800 m/min
加工ピッチ	X:0.05mm Z:0.1mm
加工速度	400mm/min
切込み量	0.002 , 0.001 mm
研削液	水溶性(50倍希釈)



る。一般的な超硬合金の SEM 像(図 3(b))と比較して,炭化物粒度が非常に小さいことから粗さ特性に優れた素材である。

### 3 実験結果および考察

前報では円弧包絡法と CG 法の2種類の成形方 法を行ったが、円弧包絡法の場合は砥石幅方向を 任意の曲率に成形できるが成形精度が低い、CG 法の場合は成形精度は高いが,砥石幅方向と円周 方向の曲率が同一となり,加工物短辺方向の加工 形状が限定される。しかし,本研究における平行法 では任意の曲率に成形できるため,加工形状の制 約が小さい。また,使用した砥石の幅は約 20mm であるが、その両端 4mm ずつを除いた 12mm 幅 において図 4 に示す形状誤差曲線で形状誤差 1.5µmを得ることができ、良好な成形精度が得ら れた。ここで,形状誤差曲線は測定によって得られ た断面曲線から砥石幅方向のR成分を差し引いた もので,砥粒の突出しやカーボンプレートの気孔 などの粗さ成分を含んでいるものである。平行法 は成形装置の構造がツルアを両持ちで支える構造 であるため,回転軸のたわみによるツルアの変位 を回避できるために成形精度が向上したものと考 えられる。

次に,平行法で成形した砥石を用いて超微粒超 硬合金の曲面研削加工を実施した。短辺方向の形 状 誤 差 は 図 5 に 示 す よ う に そ れ ぞ れ 約 0.25µm,0.2µm であり,加工機の運動精度とほぼ 同じ結果が得られた。図 4 と図 5 を比較すると, 形状誤差曲線の形が非常に類似している。これは, 砥石断面と加工物短辺方向の加工点が1対1に対 応する加工方法のため,曲面創成時に砥石幅方向 の形状が転写されていることを示している。いず れの場合も,粗さ成分を差し引いても砥石の形状 誤差より超微粒超硬合金の形状誤差の方が小さい



図4 平行法による砥石幅方向の形状誤差曲線

図3 超硬合金の表面観察像



結果となっていることから,加工時の砥石の弾性 変形が影響を与えているものと考えられる。 長辺方向の形状誤差については凸,凹形状でそれ ぞれ約 0.4µm,0.35µm でありほぼ同様の結果が 得られた。

表面粗さ PV(測定長 0.67mm)は図6に示すよう に 14nm であり,良好な鏡面が得られた。本研究 にて加工した凹形状加工物を図7に示す。格子模 様がよく映っており,歪みのない鏡面を呈してい る。

4 結 言

鏡面研削加工に適したレジノイドボンドダイヤ モンド砥石を加工機上で成形した後,超微粒超硬 合金の曲面研削加工を行い得られた主な結果は以 下の通りである。



図6 加工面粗さ



図7 凹形状加工物

- 前報にて課題であった自由な曲率でかつ高精 度な砥石成形が,本研究における平行法を用い ることによって可能となった。
- 2) 平行法による砥石成形において,砥石成形精度 1.5µmを得ることができた。
- 3) 平行法により成形した砥石を用いて超微粒超 硬合金の凸,凹形状の研削加工を実施し,短辺方 向の形状誤差が約 0.25µm,長辺方向が約 0.4µm,表面粗さPVが14nmの加工精度を得る ことができた。

### 文 献

1)松田丈,金田亮,小林誠也,田中善衛:光学ガラス の曲面研削加工における砥石成形精度の影響, 山形県工業技術センター報告 No.39(2007)15

### ダイヤモンド平バイトによる単結晶シリコンの 高能率旋削加工技術の開発 【平成 19 年度 ニューウェーブ研究創出事業】

#### 齊藤寛史

Development of High-efficiency Turning of Single Crystal Silicon with a Straight-Nosed Diamond Tool

Hiroshi Saito

### 1 緒 言

半導体材料の単結晶シリコンは,赤外線に対し て透過率・屈折率が良好であるため,防犯用暗視 カメラや人体検出センサーなどの赤外線レンズ として利用が見込まれる。単結晶シリコンに代表 される脆性材料の加工方法は,研削加工や研磨加 工が主流であるが,近年工作機械の運動精度が高 精度化したことに伴い,切削加工に関する研究が されている。その結果,単結晶ダイヤモンドバイ トを使用し,サブミクロンオーダーの切取り厚さ で加工することで,脆性破壊のない滑らかな加工 面が得られることが明らかになってきた<sup>1)2)</sup>。し かし,一刃あたりの切取り厚さを小さくする必要 があるため,加工能率の低さが課題である。

本研究では,単結晶シリコンの旋削加工におけ る加工能率改善を図るため,単結晶ダイヤモンド 平バイトによる加工方法について検討した。バイ トの刃先を有効に活用し,大きな切込み量を得る ため,刃先稜線を被削材の回転軸とほぼ平行に配 置し,被削材を側面から削り取る方法で加工を行 った。加工形状は平面形状とし,基礎的な加工条 件を検討した。

### 2 実験方法

使用した工作機械は,超精密複合マイクロ加工 機(ファナック㈱社製 ROBOnanoUiA)である。 図1に加工機の写真を示す。被削材はφ8mmの 単結晶シリコンで,治具を用いて旋削スピンドル に固定した。単結晶シリコンの端面の結晶方位 は,(100)面とした。使用したバイトは,ノーズ 角90°,逃げ角7°の単結晶ダイヤモンド平バイト である。図2にバイトのSEM 観察像を示す。前 切れ刃と横切れ刃が90°であることが確認でき る。図 3(a)は,すくい面側から見た加工部分 の概略図を示す。被削材端面と前切れ刃が接触し ないよう,前切れ刃角と横切れ刃角を 5°とし た。横切れ刃角を小さくし,刃先稜線を被削材の 回転軸とほぼ平行に配置することにより,切込み 量を大きくすることができる。図 3(b)は,被 削材の正面から見た概略図を示す。すくい角が -20°となるようにバイトを治具で固定し,外周か



図1 加工機の写真



図2 単結晶ダイヤモンド平バイト SEM 像

ら中心方向に送る端面切削を行った。図4に実験 装置の構成を示す。加工中は,工具動力計(キス ラー社製圧電式多成分小型切削動力計 9256C) および,アンプ(キスラー社製マルチチャンネル チャージアンプ 5017B)を使用して,加工抵抗 の3分力(主分力,送り分力,背分力)を測定し た。加工後は,3次元表面構造解析顕微鏡(zygo



単結晶ダイヤモンド平バイト

(a)すくい面側からの概略図



(b) 被削材正面からの概略図図 3 加工部分の概略図



図4 実験装置の構成

社製 NewView200)を用いて,表面粗さ PV 値 (Peak to Valley)を測定した。表1に加工条件 を示す。切込み量と送り速度をそれぞれ変化させ て実験を行った。加工形状は,平面形状とした。

表 1 加工条件

被削材	単結晶シリコン 8mm
結晶方位	(100)面
加工形状	平面形状
工具	単結晶ダイヤモンド平バイト
すくい角	-20°(治具で-20°傾斜)
逃げ角	27。(治具で-20。傾斜)
回転数	3000min <sup>-1</sup>
切込み量	10 µ m,200 µ m
送り速度	0.15,0.3,0.6,0.9mm/min
1刃送り量	0.05,0.1,0.2,0.3µm/rev
加工液	放電加工油
	新日本石油(株)製 EDF-K2

### 3 実験結果および考察

加工後の表面粗さを表 2 に示す。切込み量 10µm 送り速度 0.1 および 0.2µm/rev において, 最も小さい表面粗さ PV10nm が得られた。切込 み量 10µm における,送り速度と表面粗さの関

表2 表面粗さ

切込み量	送り速度	表面粗さPV (nm)		
(µm)	(µm/rev)	最小	最大	平均
	0.05	11	27	19.7
10	0.1	10	28	16.6
10	0.2	10	25	16.6
	0.3	16	4192	350.4
200	0.2	13	61	35.9



(切込み量 10µm)

最大4.192µm



図 6 切込み量と表面粗さの関係 (送り速度 0.2µm/rev)

係を図5に示す。送り速度0.05から0.2µm/rev では,表面粗さに大きな違いがなかったが,送 り速度0.3µm/revでは,脆性破壊により表面粗 さの最大値が4µm以上となった。一刃あたり の切取り厚さが大きいと,加工面に脆性破壊が 発生する原因となることが考えられる。図6は,

送り速度 0.2µm/rev における,切込み量と表面 粗さの関係を示す。切込み量 200µm では, 脆 性破壊の発生はなかったが,表面粗さのばらつ きが大きく、最小 13nm ,最大 61nm であった。 加工抵抗の結果を表3にまとめた。加工抵抗 は,加工開始時(切削速度 75m/min)と加工 終了直前(切削速度 8m/min)の2点で評価し た。図7(a),(b),(c)は,切込み量 10µm における,送り速度と加工抵抗の関係を示す。 送り速度 0.1µm/rev, 切削速度 8m/min で,送 リ分力 0.1N,背分力 0.13N と大きい値となっ た。これは,送り速度が小さいために,切れ刃 がたたず,被削材から反力を受けたものと考え られる。送り速度 0.2µm/rev では,切削速度に よる加工抵抗の変化が小さく,主分力,送り分 力,背分力ともに 0.02 から 0.03N 程度と,一 定の値であった。送り速度 0.2µm/rev における, 切り込み量と加工抵抗の関係を図8に示す。主 分力と送り分力は,切込み量により加工抵抗が 変化し,切込み量 200µm,切削速度 8m/minの とき,主分力 0.1N,送り分力 0.23N と大きい

表 3 加工抵抗

		加工抵抗(N)					
切込み量	送り速度	切削速度:75m/min		切削速度:8m/min			
(µm)	(µm/rev)	主分力	送り分力	背分力	主分力	送り分力	背分力
	0.1	0.025	0.039	0.045	0.051	0.103	0.132
10	0.2	0.019	0.029	0.026	0.018	0.022	0.019
	0.3	0.017	0.013	0.017	0.036	0.051	0.032
200	0.2	0.083	0.164	0.031	0.098	0.234	0.033







図8 切込み量と加工抵抗の関係(送り速度 0.2µm/rev)

値であった。背分力は,切込み量による変化が 小さい結果であった。

図9に,3次元表面構造解析顕微鏡で測定した加工面の3次元形状と断面プロファイルを示す。図9(a)は,表面粗さが小さい加工条件である,切込み量10µm,送り速度0.2µm/revの結果を示す。脆性破壊のない加工面が得られた。

図 9(b)は,切込み量 200µm,送り速度 0.2µm の結果を示す。表面にうねりが発生した。切り 粉の噛みこみが原因のひとつと考えられる。図 9(c)は,切込み量 10µm,送り速度 0.3µm/rev の結果を示す。加工面に脆性破壊が発生してい ることが確認できる。加工面に発生した脆性破 壊の SEM 観察像を図 10 に示す。



(a) 切込み量 10µm,送り速度 0.2µm/rev





#### 齊藤:ダイヤモンド平バイトによる単結晶シリコンの高能率旋削加工技術の開発



(c)切込み量 10µm,送り速度 0.3µm/rev
 図 9 加工面の 3 次元形状と断面プロファイル



切込み量 10µm,送り速度 0.3µm/rev 図 10 脆性破壊の SEM 像

図 11 は,加工後のバイト刃先の SEM 観察 像を示す。横切れ刃は,加工で使用した部分に 摩耗が発生した。前切れ刃は,先端から数 µm の領域に摩耗が発生した。加工条件と工具摩耗 の関係は,今後更なる検証が必要である。



図 11 加工後のバイト SEM 像

4 結 言

- 1) 切込み量 10µm,送り速度 0.1, 0.2µm/rev で, 表面粗さ最小値 PV10nm が可能となった。加 工抵抗は,送り速度 0.2µm/rev のとき,切削 速度による変化が小さく,0.02N から 0.03N 程度であった。
- 2) 加工後のバイト刃先は,横切れ刃と前切れ刃 の一部に摩耗が確認された。

### 文 献

- 一 齊藤寛史,高橋俊広,小林庸幸:単結 晶ダイヤモンドバイトを用いたシリコ ンの旋削加工,山形県工業技術センター 報告, No.39 (2007) 19.
- 2) 閻 紀旺,田牧純一:結晶材料製光学 部品の超精密高能率切削加工,砥粒加工 学会誌 Vol.47(2003) 291-294

## 小径ダイヤモンド電着工具による石英ガラスの溝加工 - 電着工具底面形状が表面粗さへ及ぼす影響 -

村岡潤一 一刀弘真

Groove Processing on Silica Glass using Micro Diamond Electroplated Tools - Influence of Tool-end Profile on the Surface Roughness -

Jun-ichi MURAOKA

Hiromasa ITTO

### 1 緒 言

近年,化学分析用マイクロセルなどの利用を目 的として,耐食性,低熱膨張性,耐摩耗性,光学 特性等に優れる石英ガラスの高精度な微細形状加 工に対する要望が高まっている。その加工はウェ ットエッチングが主流となっている。しかし,加 工に時間がかかり,溝深さもアスペクト比1程度 が限界である。そのため,加工時間が短く高アス ペクト比の加工が可能で柔軟性に優れるマシニン グセンタによる加工が注目されている。

マシニングセンタの工具として用いられるダイ ヤモンド電着軸付砥石(以下,電着工具)は種々 のダイヤモンドを用いる工具の中で比較的安価で, コスト面で優位である。しかしこれまでの研究で, 電着工具を用いた石英ガラスの溝加工では,底面 に図1のような段差が発生することが明らかとな った。本研究では,この段差の解消を目的にツル ーイング技術の検討を行った。また,ツルーイン グが溝底面の表面粗さに与える影響について調べ た。

### 2 実験方法

### 2.1 実験装置

図 2 に加工試験に用いた機器の構成図を示す。 試験は,高速立型加工機(東芝機械(株)製 F-MACH442)を使用した。主軸はエアタービン 空気静圧軸受主軸の構成となっており,そこに  $\varphi$ 0.5 の電着工具を取り付けた。被削材に石英ガラ スを,ツルアとして石英ガラス,軟鋼,ダイヤモ ンド電着ドレッサを用いた。加工液の供給は,水 槽を用いて被削材を常に加工液に浸しておく浸漬 法を用いた。

### 2.2 実験手順及び評価方法

表1に石英ガラスの溝加工条件,表2にツルー にて観察し,工具への影響を評価した。



図 2 実験装置

イング条件,図3にツルーイング方法を示す。ツ ルーイングは、ツルアを加工機のテーブル上に固 定し、その表面上を、工具を回転させながら移動 させることにより行った。ツルアは石英ガラス、 軟鋼、ダイヤモンド電着ドレッサ#4000(図4, 以下電着ドレッサ)の3種類について検討を行っ た。ツルーイングの評価は、段差解消に至るまで のツルーイング量(パス数)、石英加工時の溝底面 部形状(段差の有無)、表面粗さより行った。溝底 面部形状,表面粗さの測定には三次元表面構造解 析顕微鏡(Zygo 社製 New View200)を用いた。 また、ツルーイング前後の電着工具を電子顕微鏡 にて観察し、工具への影響を評価した。

マー 加工デ件				
被削材	石英ガラス			
工具	電着軸付砥石			
	・粒度#800			
	・工具径 0.5mm			
主軸回転数	50000min <sup>-1</sup>			
送り速度	0.5mm/min			
軸方向切込量	0.01mm/パス			
切込回数	3パス			
加工液	水溶性 50 倍希釈			

主 加丁女件

表 2 ツルーイング条件		
ツルア	石英ガラス	
	軟鋼 ( S45C )	
	ダイヤモンド電着ドレッサ	
主軸回転数	80000min <sup>-1</sup>	
送り速度	2000mm/min	
軸方向切込量	0.003mm	
半径方向切込量	0.025mm/パス	
ツルーイング距離	40mm/パス	
加工液	水(石英ガラス)	
	なし (その他)	



図3 ツルーイング方法

3 実験結果および考察

3.1 加工面形状の比較

表3に段差解消に要したツルーイング量および ツルーイング前後の段差高さを示す。ツルーイン グ前の段差高さは砥石により差があるが,石英ガ ラスは1500パスで段差が解消しているのに対し, 軟鋼はそれより少ない150パスで段差解消が確認 できた。電着ドレッサでのツルーイングでは段差 解消に至らず,ツルーイング 50パスで約 0.3µm の段差が残存している。ツルーイングはこの後も 続行したが,150パス経過しても,底面形状,段 差高さに変化は見られなかった。

図5にツルーイング前後の溝底面の表面粗さの 比較を示す。石英ガラス,電着ドレッサにおいて は表面粗さが向上した。一方,軟鋼においては, 逆に表面粗さが劣化するといった様子が見られた。

以上より,石英ガラスは表面粗さに優れるが, ツルーイングの能率に劣り,軟鋼は能率が優れて いるが表面粗さが劣化し,電着ドレッサは両面に 優位があるが,段差の解消が困難であることが明 らかとなった。



図4 電着ドレッサ

### 表3 段差解消に要したツルーイング量および ツルーイング前後の段差高さ

	ツルーイング量	段差高さ(μm)		
シルア	(パス数)	前	後	
石英ガラス	1500	0.845	0	
軟鋼	150	3.161	0	
電着ドレッサ	(50)	3.105	0.302	





#### 3.2 工具観察

図 6 / 図 7 に石英ガラスによるツルーイングを 行う前後の電着工具底面の回転中心近傍と外縁部 の電子顕微鏡写真を示す。ツルーイング後の工具 では,いくつかの砥粒が脱落している様子が観察 できた。特に,回転中心近傍に存在する砥粒の脱 落が顕著で(図6,白線内),この砥粒が脱落した ことにより,段差が解消したものと思われる。-方で,脱落していない砥粒に関してはわずかに摩 耗がみられるが,おおきな影響は見られなかった (図7,白線内)。図8はツルーイング前およびツ ルーイング中(1000パス経過)の溝底面断面形状 である。ツルーイング前は矩形溝であった中央部 の段差が、ツルーイング中は丸溝状になっている。 これは,工具底面で最も切れ刃高さの高い砥粒が, ツルーイングの効果を大きく受け摩耗したのでは ないかと考えられる。これによりその後のツルー イング(1000 1500 パス)では,砥粒にかかる





(a) ツルーイング前
 (b) ツルーイング後
 図6 石英ガラスによるツルーイングの影響
 (回転中心近傍)





(a) ツルーイング前
 (b) ツルーイング後
 図7 石英ガラスによるツルーイングの影響
 (外縁部)



(a) ツルーイング前
 (b) 1000 パス経過後
 図 8 溝底面形状の変化
 (ツルア:石英ガラス)

負荷が大きくなり脱落に至ったのではないかと考 えられる。

図9に軟鋼によるツルーイングを行う前後の電 着工具底面の電子顕微鏡写真を示す。石英ガラス と比べ,多数の砥粒が脱落しており(図9,白線 内),破砕している砥粒も見られた(図9,点線内)。 これは,脱落した砥粒がツルアである軟鋼に突き 刺さり,その砥粒が工具を傷つけたためと考えら れ,このことにより加工に作用する砥粒が激減し, 前述した表面粗さの劣化を引き起こしたと思われ る。





(a) ツルーイング前
 (b) ツルーイング後
 図 9 軟鋼によるツルーイングの影響

図 10 に電着ドレッサによるツルーイングを行う前後の工具底面の電子顕微鏡写真を示す。石英 ガラス,軟鋼の場合と異なり,砥粒の脱落は見ら れなかった。一方で,個々の砥粒には摩耗が見ら れた。これは,電着工具のダイヤモンド砥粒と電 着ドレッサのダイヤモンド砥粒がお互いを削りあ ったためであると考えられる。脱落砥粒がツルア に突き刺さった場合と異なり,ツルアとして作用 する砥粒が小さいため,めっき面に対する影響が 最小限で,脱落などを引き起こさなかったと思わ れる。また,写真から,砥粒の頂点が平坦になっ ていることが確認できる(図 10,白線内)。この ことにより,砥粒が加工の際にバニシングのよう な作用をし,表面粗さ向上に寄与したのではない かと考えられる。





(a) ツルーイング前(b) ツルーイング後図 10 電着ドレッサによるツルーイングの影響

図 11 に代表的な砥粒の切れ刃高さと工具回転 4 結 中心からの距離の関係をグラフに示す。ツルーイ 石英 ング前後で,切れ刃高さが大きく減じている様子 を種々 が確認できる。また,ツルーイング後において, が明ら 回転中心から遠い砥粒は近いものに比べて低くな 1)石英 っている。これは,回転中心近傍は速度が遅いた おい めに砥粒が摩耗しにくかったためであると考えら 2)石英 れ,段差が残った原因であると思われる。 イン



図 11 回転中心からの距離と切れ刃高さの関係 (ツルア:電着ドレッサ)

1 結 言

石英ガラス溝底面段差の解消を目的に電着工具 を種々のツルアを用いて検討した結果,次のこと が明らかとなった。

- 1)石英ガラスおよび軟鋼を用いたツルーイングに おいて,溝底面段差が解消した。
- 2)石英ガラスおよび電着ドレッサを用いたツルー イングにおいて,表面粗さが向上した。
- 3) 石英ガラスによるツルーイングでは,工具底面 部回転中心近くの砥粒のみ脱落し,その他の砥 粒は影響が少ない。
- 4) 軟鋼によるツルーイングでは,多数の砥粒が脱 落および破砕した。
- 5)電着ドレッサによるツルーイングでは,砥粒先 端が摩耗した。また,回転中心から近い砥粒と 遠い砥粒の間で切れ刃高さに差が生じた。

### 低コヒーレント光計測用光MEMSデバイスの開発

渡部善幸 阿部泰 岩松新之輔 髙橋義行 佐藤敏幸 丹野裕司

#### **Development of Optical MEMS Devices for Low Coherent Interferometry**

### Yoshiyuki WATANABE Yutaka ABE Shinnosuke IWAMATSU Yoshiyuki TAKAHASHI Toshiyuki SATO Yuji TANNO

Abstract This paper presents development of an optical MEMS mirror device, micro-lenses, Si half-mirrors and an application to low coherence interferometry. The optical MEMS mirror device can vibrate  $\pm 0.9$ mm along Z-axis under resonant frequency ( $\pm 10$ mAp-p, 28.5kHz) for lock-in detection, and can tilt to X, Y bi-direction (Optical angle X: $\pm 10.6^{\circ}/\pm 10$ mA, Y: $\pm 5.2^{\circ}/\pm 10$ mA) for 2-D scanning and optical axis alignment by electromagnetic force between planar coils and a permanent magnet. In order to collimate and focus the SLD light beams in low coherent interferometer, two types of micro-lenses have been fabricated. The radius of curvature of UV cured resist and silicon lenses can be adjusted by adopting lens diameter and process conditions. The inclined 45° and 90° silicon half mirrors against (100) wafer plane are etched by TMAH a.q. and surfactant added TMAH a.q.. Their surface roughness(Ra) are single nm. In addition, stack layered, planar and assembled low coherent interferometers are constructed and evaluated. A developed MEMS mirror is embedded to the time-domain low coherent assembled interferometer. As a result of lock-in detection with MEMS mirror vibration, the optical length of a glass plate have been evaluated with low noise (45dB).

### 1 緒 言

低コヒーレント光を用いた光干渉計測法は, OCT(光波断層画像化法)が眼底や皮膚など の断層を画像化する方法として実用化されてい る<sup>1),2)</sup>他,この光干渉法をベースとした距離計 測や板厚計測等への応用が期待されている <sup>3),4)</sup>。これらを実現するための光干渉計の構成 をFig.1に示す。干渉計は,低コヒーレント光源 である SLD(Super Luminescent Diode)を用 いたマイケルソン干渉計により構成され,光源から



Fig.1 Optical interferometer

の光をコリメート(平行光化)後ハーフミラー により一方を参照鏡,もう一方を測定対象物へ と導き,戻り光を干渉させるものである。参照 鏡用 MEMS ミラーは,1軸方向にミラーを高 周波振動させて光路長の微小な変調を行い,干 渉光のロックイン検出用参照振動として用い る。マイクロレンズは光のコリメートおよび集 光に用い,スキャン用 MEMS ミラーは測定対 象物上での2軸光走査に用いる。本研究では上 記の MEMS 型光学素子と,これらを集積した 小型干渉計の開発に取り組んだので報告する。

- 2 MEMS 型光学素子
  - 2.1 光 MEMS ミラー

光 MEMS ミラーには, Fig.1の通り参照鏡用 1 軸高周波振動と2 軸光走査用の2つ用途があ るが,これらの機能を併せもつ MEMS ミラー を開発した<sup>5),6)</sup>。開発した素子の写真をFig.2に 示す。素子は,ミラーや平面コイルなどの可動構造 体が形成されたシリコン層と,セラミック台座およ び永久磁石の3層構造で,シリコン層は光を反射 するAu/Crミラー,それを支えるシリコンの梁と各フ レームおよび電磁力発生用の2層平面コイルから
構成されている。評価の結果をTable 1に示す。 2 軸光走査用の傾斜については,± 10mA の 駆動電流における光学角は X 軸方向が± 10。 以上,Y 軸方向が± 5。以上で,主軸 Y 軸に 対する X 軸へのクロストーク(X/Y)および主 軸 X 軸に対する Y 軸へのクロストーク(Y/X) はそれぞれ 10% f.s., < 0.5% f.s.であった。Z 軸高周波振動については,共振周波数 28.5kHz, 駆動電圧 5.24Vpp(約 10mApp,サイン波) において,Q 値が 1,000,振動振幅は 0.9µm で, ロックイン検出に必要な振動振幅 0.2µm(波 長の約 1/4)を満たす結果であった。



Fig.2 Developed MEMS mirror device

Characteristics of MEMS mirror

X,Ybi-directional tilting (optical)
• X-axis tilting angle $\pm 10.6$ ° / $\pm 10$ mA
• Y-axis tilting angle $\pm 5.2 \circ / \pm 10$ mA
• Cross-talk X/Y 10 % f.s.
Y/X < 0.5 % f.s.
Z directional vibration
• Resonant frequency 28.5kHz
• Amplitude $\pm 0.9 \ \mu \ m/ \pm 10 \text{mA}$
• O-factor 1000

2.2 マイクロレンズ

Table 1

干渉計のコリメートおよび集光に用いるマイ クロレンズは,2つの方法で作製を検討した。

はじめにエポキシ系紫外線硬化樹脂 SU-&(化 薬マイクロケム製)のソフトプリベークおよび 紫外線(UV)低照射の方法を検討した。石英 基板にスピンコートにより SU-8 を 80um の厚 さ形成し,レンズ形状パタンをマスクとして UV(Hg-i線 365nm)照射量 0.12J/cm<sup>2</sup>の低 照射露光後,100 5min のソフトプリベーク を行った。その後 SU-8 現像,およびレンズ全 体で均一な屈折率を得るための UV 露光 (1.1J/cm<sup>2</sup>)後,150 のベークにより最終硬 化を行った。作製した SU-8 レンズをFig.3(a)に 示す。Fig.3(b)に示すとおり,レンズ直径 0.3 ~ 1.0mm に対してレンズの曲率半径が 3 ~ 10mm の範囲で変化しており,レンズ直径の 選択により目的の焦点距離が選択可能であるこ とがわかった。



(a) Shape of SU-8 micro-lens



(b) Radius of curvature vs. lens diameter Fig.3 UV cured resist (SU-8) lens

次にシリコンを RIE (反応性イオンエッチ ング)加工する方法について検討した。シリコ ン 基 板 に ポ ジ 型 フ ォ ト レ ジ ス ト OFPR800-200cp (東京応化製)をスピンコー トし,UV 照射量 2.2J/cm<sup>2</sup>の露光,現像後に 200 ~ 250 のリフロー(高温加熱)を行って中 央から端部に向かって薄くなる形状とした。そ の後,厚さ分布をもつフォトレジストをマスク にシリコンの RIE 加工(RF: 100W,SF6: 5~ 15sccm, 圧力: 50mTorr, エッチング時間: 30min × 5回程度)を行った。作製した Siマ イクロレンズ(直径 0.51mm)をFig.4(a)に示す。 Fig.4(b)に示すとおり,レンズ直径 0.27 ~ 0.51mm および RIE 加工時のガス流量により レンズの曲率半径が1 ~ 8mm の範囲で安定し て変化しており,レンズ直径により目的の焦点 距離が選択可能であることがわかった。



(a) Shape of silicon micro-lens



(b) Radius of curvature vs. SF6 flow rate Fig.4 Silicon lens

### 2.3 ハーフミラー

低不純物ドープのシリコンは,干渉計に用い る近赤外光源に対して透過性が高いため,これ をエッチングすることにより 45 。および 90 。のハーフミラー(H.M.)に用いることとし た。用いる基板は結晶方位(100),抵抗率 10 cmのn型シリコンとし,TMAH a.q.およびこ れに Tween-20(ポリオキシエチレンソルビタ ンモノラウレート)を添加してシリコンをエッ チングした。結果の写真をFig.5に示す。TMAH a.q.に Tween-20 を添加した場合は,(100)ウェ 八面に対して 45 。傾斜した(110)面が形成され (Fig.5(a)),TMAH a.q.のみの場合は(100)ウェ 八面に対して 90 。で切り立った(100)面が形成 されている様子がわかる(Fig.5(b))。エッチン グ面は,水平方向と深さ方向の2方向(Fig.5 (a))についてレーザ干渉顕微鏡(Zygo, New view-200)を用いて表面粗さとうねりを測定 した。表面粗さ Raの測定結果をFig.6に示す。 表面粗さは深さ方向に比べて水平方向の方が大 きい傾向であった。これはマスクエッジから発 生している深さ方向の縦筋のためで,エッチン



(a)45 ° H.M. (Tween20\_1 %+20wt.% TMAH)



(b)90 ° H.M. (25wt.% TMAH) Fig.5 Shape of silicon half mirror



(a)Surface roughness along depth direction





グマスクである SiO2 の残留応力が一因と考え られる<sup>7)</sup>。45 ° H.M.は Tween20 を添加した ときに形成され,深さ,水平方向共にベース液 が TMAH20wt.% a.q.の条件が最も表面粗さが 小さく, Tween20 の添加量 10,000ppm の時に 表面粗さ Ra が 4.5nm で最小であった。90 ° H.M.は,25wt.% TMAH a.q., Tween20 無添 加の条件でのみ形成可能で,表面粗さ Ra は 3.9nm であった。45 °および 90 °いずれの H.M.も表面粗さが小さく鏡面に近いが,大き なうねり生じており,測定長 400µm における 最大うねりはいずれの条件においても約 1µm であった。作製した Si-H.M.は小型であり,従 来の光学評価系では評価が困難であるため MEMS 干渉計を構築して評価を行った。

- 3 光干涉計
  - 3.1 積層型光干涉計

前節で開発した 45 ° Si-H.M.(厚さ 350µm),マイクロレンズと光ファイバガイド を集積した積層型光干渉計を作製した。光源波 長 1.5µm 帯のレーザ光を入射し,測定対象物 を上下に微動させて測定したが,干渉波形の検 出には至らなかった。赤外線カメラにより光路 途中での光の経路が確認できたが,光量は入射 光 5mW に対して参照光路からの戻り光 0.1mW と 1/50 程度に減衰していた。この原因 はハーフミラーや全反射ミラーの表面状態(粗 さやうねり)と考えられ,積層型干渉計で高感 度干渉を得るにはこれらの表面状態を改善する 必要があることがわかった。

3.2 平面型光干涉計

90 °Si-H.M.(厚さ 50µm)を組み込んだ平 面型光干渉計を作製し,光源波長 1.5µm帯 SLD 光を用いた干渉特性を評価した。90 °Si-H.M. は,25wt.% TMAH a.q.を用いて Siをエッチ ングしたものと,さらにフッ硝酸酢酸で表面の 平坦化を行ったもので干渉が得られ,可視度 (Visibility)を評価した。可視度は,干渉光 強度の最大値を Imax,最小値を Imin とすると式 1で表され,干渉信号のコントラストを意味す る。結果をTable 2に示す。その結果,エッチ ング直後の Si-H.M.を用いた場合には表面の凹 凸に依存する乱れた可視度の低い波形であった が,フッ硝酸酢酸による平坦化を行った結果, 可視度の向上が見られた。可視度は市販のハー フミラー実測値 0.95 と比較すると低い値であ るが,平面型干渉計で可干渉であり,小型干渉 計に有用であることがわかった。

$$V = \frac{I_{max} - I_{min}}{I_{max} + I_{min}} \tag{1}$$

Table Z VISIDILLY OF 90 SI-T.
-------------------------------

Surface	As Si etching	Planarization* after
treatment		Si etching
2D-intensity	and the second second	1.
of interference		
Visibility	0.42	0.61

\*Planarization:HF:HNO3:CH3COOH= 10:80:10vol.5min

#### 3.3 組立型光干涉計

光 MEMS ミラーを光学ベンチに組み込んだ タイムドメイン法による組立型干渉計を構成し (Fig.7), MEMS ミラーの高周波振動(駆動周 波数:28.5kHz,振動振幅:約 200nm)を参 照としたロックイン検出によりガラスの光学長 (板厚,屈折率)計測を行った。光源は,中心 波長 831.96nm,半値幅 14.65nm の SLD を用 いた。得られた干渉波形をFig.8に示す。MEMS ミラーを振動させない場合の干渉信号は表面で 見られるが裏面では確認できなかった(Fig.8 (a))。一方,MEMS ミラー振動によるロック イン検出の場合には表裏両面での反射の干渉波 形が明確に見られ(Fig.8(b)),板厚計測を含め



Fig.7 Low coherent interferometer embedded with a developed optical MEMS mirror

た低コヒーレント光計測の高感度化に有効であることがわかった。



(a)Interference signal without MEMS vibration



(b)Interference signal with MEMS vibration

Fig.8 Evaluated results of optical length (thickness and refractive index) of a glass plate by low coherent interferometry

## 4 結 言

 2 軸光走査(光学角:5°以上)および1軸 高周波振動(振幅:±0.9µm)可能な光 MEMS ミラーを開発した。

2) 紫外線硬化樹脂型およびシリコン型のマイ クロレンズを開発し,作製条件および構造によ って曲率半径(焦点距離)を調整可能であるこ とがわかった。

3) 45 °傾斜および 90 °垂直面をもつシリコ

ンハーフミラーの作製法を検討し鏡面が得られ たが,大きな周期のうねりが残った。

4) 積層型干渉計を構築したが,光の減衰によ り干渉に至らなかった。

5) 平面型干渉計では,Siハーフミラーの平坦 化により干渉波形を均一化することができた。 6) タイムドメイン法を用いた組立型干渉計を 構築してガラスの光学長(板厚,屈折率)計測 を行い,MEMS ミラーの高周波振動を用いた ロックイン検出が高感度化に有効であることを 実証した。

#### 献

1) 丹野直弘: 光波コヒーレンス断層映像 法,光学, 31(4)(2002)106-108.

文

- 2) 春名正光, 近江雅人:低コヒーレント光 干渉を用いた生体機能検出, 計測と制 御, 45(11)(2006)915-921.
- 高橋義行,佐藤敏幸,三井俊明,渡部 善幸,橋本智明,佐藤学,渡部裕輝: 山形県工業技術センター報告, 38(2006)37-41
- 4) 佐藤敏幸,髙橋義行,橋本智明:山形 県工業技術センター報告,37(2005)79-82
- 5) Y. Watanabe et al. : Proceedings of The 24th Sensor Symposium, 2007, pp.363-366.
- Y. Watanabe et al.: IEEJ Trans. SM, Vol.128, No.3, 2008, p.1 and pp.70-74.
- M. Shikida : IEEJ Trans.SM, Vol.128, No.9, 2008, pp.341-346.

機上ウェハ厚計測技術の開発 【平成17~19年度地域新生コンソーシアム研究開発事業】

高橋義行 佐藤敏幸 橋本智明 田中善衛 松田丈 小林庸幸<sup>:</sup> 村尾純一<sup>::</sup> 石山和浩<sup>::</sup> 小沼雅樹<sup>::</sup> 大山裕司<sup>::</sup> 板垣文則<sup>::</sup>

Development of a Technique for Wafer-Thickness Measurement on Machine

Yoshiyuki TAKAHASHI Toshiyuki SATO Tomoaki HASHIMOTO Zen-ei TANAKA Takeshi MATSUDA Tsuneyuki KOBAYASHI<sup>°</sup> Jun-ichi MURAO<sup>°°</sup> Kazuhiro ISHIYAMA<sup>°°</sup> Masaki KONUMA<sup>°°</sup> Yuuji OOYAMA<sup>°°</sup> Huminori ITAGAKI<sup>°°</sup>

1 緒 言

近年,民生工業製品の小型・軽量・高機能化 の要求が高まり,これを実現するために各部品 にも超小型化・高集積化が求められる状況にあ る。部品の小型化で特に顕著なのが IC (Integrated Circuit)である。様々な処理機能 を一つのパッケージに集積する IC は, 省スペ ース化と高機能化の同時要求によって高密度集 積化技術の開発が盛んに進められ,IC 加工ライ ンスペースの微細化とともに,シリコンウェハ そのものに外部接続端子加工を行うことによる CSP (Chip Scale Package)と呼ばれるチップ サイズのままで IC パッケージ化されるような 製品が増えている。さらに IC チップを積層す る(チップスタック)ことで超高密度実装する 技術の開発も進んでいる。チップスタックを実 現するためにはシリコンウェハそのものの薄板 加工が必須の技術であり、機械加工により薄板 加工を実現するためには,加工機そのものの加 工精度の向上とともに,試料の残厚管理が非常 に重要な技術となる。しかしながら,シリコン ウェハの薄板加工時の IC 表面には, 既にプロ セスが施された約 10um 前後のアルミニウムや 銅の配線層があること, 膜厚が大きくバラつく 保護テープが貼られていることなどから,従来 の触針方式やレーザー変位計などにより試料表 面高さをモニタする方式や加工用砥石の降下量 管理などではウェハの真の厚さを把握すること

はできない。

本研究では、低コヒーレント光を用いた光波 干渉計測法<sup>1)~3)</sup>により、ウェ八の表面と裏面の 干渉波束間距離から板厚を計測する技術を開発 した。更に、計測精度の高精度化のため、同期 検波による高 S/N での波形観測、マイクロステ ップコントローラを用いた高分解能走査の実 現、ガラススケール(GS)を用いたクローズド ループ制御による計測精度の向上について検討 を行った。また、新たな波形解析方法として、 波形の対称性を利用したピーク推定手法と、極 薄化した場合に想定される近接干渉波形の分離 手法を開発し、その評価を行った。

2 計測システム

システム構成を図1に示す。空間型のマイケ ルソン干渉計で,光源には波長1.3~1.5µm帯



\*工業技術センター(現 山形大学大学院 VBL) \*\*エムテックスマツムラ株式会社

の Super Luminescent Diode (SLD)を用いて おり,センサヘッドにはコリメートレンズ (Coll.Lens)ビームスプリッタ(BS),対物 レンズ(Obj.Lens),フォトダイオード(PD) が収められ,センサヘッド側には干渉信号変調 用の PZT 付きリファレンスミラー(RM)が設 置されている。機上への設置を考慮してセンサ ヘッドは積極的に小型化設計を行い,ヘッドサ イズは容積 25×45×45mm<sup>3</sup>,重量 77g である。

加工機上への搭載を想定した場合,計測時に は加工機の振動を始め,電気的なノイズ,レン ズや試料の汚れによる信号強度の低下など様々 なノイズ要素が考えられる。干渉波形から厳密 に試料の位置(屈折率界面)を特定するために は信号品位を確保することが非常に重要であ る。PD で受光する信号は非常に微弱であるた め,まずセンサヘッドに設置したプリアンプで 一旦増幅している。更に,この信号はRMに貼 付けした PZT により 28.5kHz の正弦波振動に よる光路変調が加えられ,この周波数でロック インアンプにより同期検波することでノイズ成 分と分離して高感度に干渉信号成分のみ検出す る仕様としている。

また,光路長走査は,干渉計ヘッドを市販の リニアステージ上に搭載して,試料に対して干 渉計そのものを走査しており,この際,熱膨張 によって機構部に生じる距離変位による誤差を 低減するため,リニアステージには GS を搭載 してステージの変位量を厳密に把握し,高精度 な位置補正を行っている。

これらの計測と制御はコンピューター(PC) と Analog-to-Digital Converter(ADC)を用い て,ロックインアンプ出力とGS出力を同時に サンプリングし,走査軸補正,観測波形解析な どの処理を行っている。

## 3 実験及び考察

## 3.1 同期検波

同期検波の有効性を確認するため,試料にカ バーガラスを用いて,SLDの電流を約 2.5mA に制限し,プローブ光を非常に微弱な状態に設 定して干渉波形の観測を行った。

試料にカバーガラスを用いて干渉波形の観 測を行い,表面の干渉波形を拡大表示したもの を図2に,表面と裏面での干渉波形を表示した



図 4 同期検波有無による感度比較 ものを図 3 に示す。いずれも上段はリファレン スミラーの変調を行わずに光出力を直接観測し た際の干渉波形で,下段は同期検波を行った際

の干渉波形である。また,この信号部分をフー リエ解析した結果を図4に示す。 図2から明らかなように,同期検波を行った 場合には干渉波形には綺麗なガウス型の振幅変 調が認められるのに対して,同期検波を行わな かった場合には振幅変調に大きな乱れが認めら

れる。同様に,図3からは,同期検波を行わな

かった場合には試料裏面の干渉波形がノイズに 埋もれてしまっていることや,試料表面と裏面 の中間領域の本来は無信号であるべき領域にノ イズによる特定振幅の信号が生じていることが 分かる。一方,同期検波した波形ではこれらの 問題は認められない。フーリエ解析結果からも, 波数 400 以上のノイズエリアのレベルが 10~ 15dB 程度改善されていることが確認できる。

3.2 高分解能走查

干渉計のリファレンス距離の走査に最小送 り量 20nm/step のリニアステージを利用して いる。このステージの動力源はハーモニックド ライブによる減速機構付きのステッピングモー ターであり,走査時の送り動作を厳密に見ると 細かいステップ状となっている。高い分解能で 観測結果を得るためには、このステップの段差 が小さい事が理想的である。このため,モータ ードライバ出力とリニアステージの間にマイク ロステップコントローラを入れ,駆動分割数を 8 倍程度細かくなるように設定し, ステップ動 作時の段差を抑制している。マイクロステップ コントローラで制御を行った際の干渉波形出力 を図5に示す。2.5nm 送る毎に干渉波形の信号 強度にステップ状の変化が明確に認められるこ とから、実際に干渉計は 2.5nm 毎に移動しなが ら干渉信号を観測できており,高分解能走査が 実現できていることが確認できた。



図 5 高分解能走査

3.3 ガラススケールによる位置補正

使用しているリニアステージは送り分解能 20nm と比較的高分解能であるがオープンルー プ制御であることから,直線性についてはその 性能は不明であった。このため,リニアステー ジに GS を搭載し,ステージの変位量を厳密に 観測し,走査軸の距離補正を行うこととした。



リニアステージを等速送りで走査した際の GS 出力を図 6 に示す。GS の仕様から,本来の 出力波形は 4µm 周期の正弦波となる。しかし, 動作直後は図のように 0.25s 程度の無変位時間 があり,起動時には大きな波形の歪みが認めら れる。また,等速動作制御中の GS 出力の正弦 波の周期には僅かに揺らぎも認められる。

また,経過時間に対する GS 出力を距離換算 した厳密な移動距離の直線性を示したものが図 7 である。この図から,始動時に比較的大きな 遅延と直線性の大きな乱れが,等速動作時にも 直線性の揺らぎが明確に認められた。この結果 を踏まえて,リニアステージの送り量の把握に は GS 出力の距離換算値を用いることした。

また,本干渉計により試料表面の絶対位置を 繰返し計測する様な場合には,ステージの絶対 位置の把握も重要となる。しかし,常時 GS 出 力をモニタリングすることは計測負荷の面から も現実的ではないことから,始動時の初期位相 のみを取得し,前の計測時の初期位相値から変 位量を把握する手法をとることとした。



図 8 GS による初期位相補正

これらの対応を行った後,試料表面の絶対位 置を約2時間に渡り1000回繰返し計測を行い, GSによる初期位相補正有無による繰返し計測 精度を評価した。この結果を図8に示す。これ より,GS補正により経時的な位置ドリフトの 影響を抑制できていることが確認できた。初期 位相補正を行わなかった場合の計測位置の標準 偏差はのn-1=186.1nmであるのに対して,補正を 行った場合の計測値の標準偏差はのn-1=38.5nm であった。

3.4 干涉波形中心推定法

本システムで得られる干渉波形の半値全幅 は光源の中心波長 <sup>2</sup> とスペクトル幅 <sup>4</sup> から式 (1)で定義され <sup>4)</sup>,

$$\Delta z = \frac{2\ln 2}{\pi} \cdot \frac{\lambda_0^2}{\Delta \lambda} \tag{1}$$

本システムでは約10µm 程度と見積もること ができ、その干渉波形の中心が厳密な試料の表 面と言える。従来は、干渉波形にカーブフィッ ティングを行い、ピーク検出を行っていたが、 今回、新たに干渉波形の対称性を利用した式(2) の評価関数を定義し、その特性を確認した。



$$\sigma(x) = \int_{\varphi=0}^{a} \left| f(x+\varphi) + f(x-\varphi) \right|^{n} d\varphi \qquad (2)$$

干渉波形への評価関数の適用例を図 9 に示 す。従来の方法では,干渉波形中心部の包絡線 を構成するローカルピーク点のみの局部的な情 報を利用しているのに対し,本評価関数では干 渉波形全体の座標情報を利用する。このため, 単一点に安定的に鋭いピークを得ることがで き,測定安定性を向上させることができる。

3.5 近接干涉波形分離手法

今後,試料が更に薄型化した場合,干渉波束 同士が重なることが想定される。この際には, 周期の同じ独立の二つの干渉波同士が加算的に 重なった合成波が観測され,これは干渉波同士 が干渉現象を示す波形となる。従って,合成波 の包絡線を解析しただけでは二つの波束の中心 位置を正確に求めることは困難である。

このため,観測した波形が二つの干渉波から 構成されることと単一の干渉波の形状パラメー タを拘束条件として,回帰分析による数値解析 で元の二つの干渉波形のパラメータ推定を行う



解析的な波形分離処理を試みた。回帰分析手法 には準ニュートン法を用いた。

試料として,二枚のカバーガラスの間にスペ ーサーとして約 8µm のフィルムを挟んで作成 したエアギャップを用意し,ギャップ部分の干 渉波形を観測したところ,二つの波束の約半分 同士が重なる様な合成干渉波形が得られた。こ うして得られた観測波形を本手法により二つの 干渉波形に分離し,更に,数値的にその二つの 波形を合成して観測波形との比較を行った。こ れを位置の異なる二箇所で同様の観測をした結 果を図 10 (a) (b)に示す。図 10 (a)では頂点部が フラットな干渉波形となり,図10(b)では頂点 にくびれのある波形であった。この様に僅かな 厚さの違いに由来すると思われる位相差により 観測波の形状には大きな差が生じる。この観測 波形を数値解析して,分離した波形の推定包絡 線がそれぞれ推定波形1,推定波形2である。 この中心位置の差がエアギャップの推定距離で あり, それぞれ 8.65μm, 8.18μm であった。ま た,推定波形1,2を加算演算して合成波形を 得たところ,図10(a)(b)ともに観測波形の振幅 とほぼ同様の形状で重なることが確認できた。 このことから,推定波形1,2は正しく推定さ れているものと考えられる。

4 結 言

本事業では,シリコンウェハ研削装置にお ける機上ウェハ厚計測技術の開発を行い,次 の様な結果を得た。

- リファレンスミラーを PZT などにより 微動させる位相変調と同期した信号検 波を行うことで,電気や振動などのノイ ズと分離された非常に S/N の良い信号 観測を実現し,約10~15dBのノイズ低 減効果が確認された。
- モータードライバ出力とハーモニック ドライブ付きリニアステージの間にマ イクロステップコントローラを入れ,走 査分解能を 20nm から 2.5nm に改善し, 干渉信号の観測波形から 2.5nm 毎の高 分解能のステージ送りが実現できてい ることを確認した。

- リニアステージにガラススケールを設置し、ガラススケールを基準とした距離で走査距離を取得するようにし、定位置での絶対距離計測を1000回行ったところ、繰返し測定の標準偏差のn-1=38.5nmが得られた。
- 2) 波形対称性を利用した評価関数による 波形中心推定手法を定義し、その応答を 確認したところ干渉波形中心部に鋭い ピークを示す解析結果が得られ、安定し た波形中心推定法として期待できるこ とを確認した。
- 5) 数値解析による近接干渉波形分離手法 を評価した。約 8µm のエアギャップを 試料にして二地点で計測・解析し,それ ぞれ 8.65µm,8.18µm の解析結果が得ら れ,近接干渉波形の分離処理が実現でき た。
- 謝 辞

この研究は,経済産業省の平成17~19年度 地域新生コンソーシアム研究開発事業の助成に より行われたものです。

#### 文 献

- 1) 佐藤敏幸他:山形県工業技術センター 報告,36 (2004),71-74.
- 2) 佐藤敏幸他:山形県工業技術センター 報告,37 (2005),79-82.
- 3) 佐藤敏幸他:山形県工業技術センター 報告,39 (2007),29-32.
- 4) B. E. A. Saleh , and M. C. Teich.: Fundamentals of Photonics , Wiley Interscience , 1991 , 996p.

## 微小電極を用いたマイクロチャネル用高感度導電率センサの開発

#### 岩松新之輔 阿部泰 渡部善幸 丹野裕司 佐藤敏幸

High Sensitive Conductivity Sensors for Micro Analysis System using Micro Interdigitated Electrodes

Shinnosuke Iwamatsu Yutaka Abe Yoshiyuki Watanabe Yuji Tanno Toshiyuki Sato

## 1 緒 言

バイオ,医療を初めとした広範な分野でマイ クロチャネルと呼ばれる微細流路を用いた小型 分析システムの研究開発が行われている <sup>1)</sup>。マ イクロチャネル内では,従来の化学反応プロセ スと比較して,一般に高効率,高収率な反応が 得られることが知られており,この優れた特性 を利用した応用展開に期待が集まっている。ま た,マイクロチャネル内で各種反応を制御する ためには,微小領域を高感度にセンシングする 技術が必須であり,実用化における最重要の開 発課題と位置づけられている。現在,様々な原 理を用いた検出システムの研究が進められてい るが,その中で小型化,集積化の観点から有望 視されている手法が,微小電極を用いた電気化 学検出法である<sup>2)</sup>。一般に電気化学検出の感度 は,電極形状と電極近傍での被測定物の分布状 態に依存し 高感度な計測を実現するためには, 微弱電流の検出が必要となる。そこで本研究で は, MEMS 技術を用いて微小櫛形電極を作製 し, 導電率計測に最適な電極形状を把握すると ともにロックイン検出を用いた高感度測定系の 構築を行ったので報告する。

#### 2 実験方法

#### 2.1 電極作製

電極基板には合成石英ウェハ(2 インチ ,t=1mm)を用いた。RFスパッタリング装置 (ANELVA, SPF-332)によりAu/Crの積層膜 (Au:3000, Cr:500)を成膜し,フォトリ ソグラフィ,ウェットエッチングにより電極, 配線パタンを形成した後,電極以外の金属配線 はフッ素系樹脂(ASAHI GLASS,CYTOP CTL-809)のパターニングにより絶縁した。ダ イシング,基板接合,ワイヤボンディングの後 工程を経て,以後の実験に用いる試作電極とし



図1 試作電極



図2 電極部の構造

#### 表1 試作電極の概要

電極 ID	w / μm	s / µm	N/本
w50s10	50	10	2,4,8,16,32
w50s50	50	50	2,4,8,16,32
w50s250	50	250	2,4,8,16,32
w250s10	250	10	2,4,8,16,32
w250s50	250	50	2,4,8,16,32
w250s250	250	250	2,4,8,16,32

た。試作した電極の写真を図1に示す。

電極部の構造を図 2,試作電極の概要を表 1 に示す。開口部幅Lは500µmの一定値とした。 電極幅をw,電極間距離をs,両極の電極総本数 をNとし,電極I.D.として示すこととする。 2.2 導電率特性評価 導電率特性の評価には,ロックイン検出を用 いた。被測定水に浸漬した電極と電極セル抵抗 より十分に小さい固定抵抗を直列に接続し,そ の両端にファンクションジェネレータ(NF, 1731)を用いて 2Vp-p,1kHz の交流電圧を印 加した。その際の固定抵抗の電圧と参照信号電 圧の同相成分をロックインアンプ(NF,L156 40)により検出し,被測定水の純抵抗に由来す る電流値及び電極セルの抵抗値を算出した。被 測定水の導電率は,導電率計(HORIBA,D-54) により 1µS/cm~50µS/cm に調製し,測定中は 導電率及び水温を一定に保持した。

2.3 セル定数の算出

セル定数は,被測定水の導電率とロックイン アンプにより求めたセル抵抗値により算出し た。セル定数理論値は,電極間距離を電極面積 で除することにより与えられるが,平面的な構 造の場合,電極形状から直接算出することは困 難である。そこで,平面的に配置された櫛形電 極構造を,等価な平行平板構造に置換すること により理論計算を行った<sup>3)</sup>。セル定数の算出に は,w250s50N4,N8,N16,N32の測定結果 を用いた。

2.4 電圧特性評価

電圧 - 電流特性の評価を行った。評価電極と しては, w250s50N32 を用いた。印加電圧は 0.2,0.5,1.0,2.0Vp-pの4水準,周波数は1kHz とした。被測定水としては,導電率1,2,5, 10,25,50µS/cmの5水準を用いた。

2.5 温度特性評価

櫛形電極の温度依存的な出力変動について評価を行った。被測定水に温度変化を与え,出力 電流値の変化を測定し,その値から温度上昇に 伴う実際の導電率変化に相当する電流増加を差 し引いた値を電極の温度特性とした。評価電極 としてはw250s50N32を用いた。被測定水の温 度は,導電率計の実用範囲となる20 ~50 と し,25 ,30 ,40 ,50 の4水準で測定を 行った。印加電圧は2Vp-p,被測定水の導電率 は,10pS/cmとした。

### 2.6 交流インピーダンス測定

インピーダンスアナライザ(Yokogawa, 4192A)を用いて1kHzから1MHzにおけるイ ンピーダンス実数部および虚数部を測定した。 測定値を複素平面にプロットし、Cole-Cole プ



ロットを作成した。印加電圧は 100mVrms,測 定試料の導電率は 10,50,100,250,500µS/cm の 5 水準とした。評価電極としては w250s50N32を用いた。

## 3 実験結果および考察

3.1 導電率特性

w250 s50 シリーズの評価結果を図3に示す。 全ての電極において,被測定水の導電率に対し て概ね直線的な応答が得られた。しかし,N=2 の櫛形電極では,セル抵抗値が数十 MΩ 程度の 高抵抗となるため,特に低導電率域においてノ イズの影響や測定値の変動が大きく,安定した 測定が行えなかった。それに対して電極本数 N=4 以上の櫛形電極では,電極本数を増やすこ とによりセル抵抗値が低下し,N=2櫛形電極と 比較して高出力で安定した応答が得られた。そ の他の電極幅,電極間距離の水準においても同 様の傾向が得られた。一方,応答の直線性につ いては,図4に示すように電極間距離が狭い水 準において直線性が低下し,電極間距離を広げ ることにより改善する傾向がみられた。この要 因については,電極間隔が狭い領域では一部分 に電界が集中し,不均一な応答になっているこ とや電極間容量に起因する容量リアクタンスの 増加などが考えられる。以上の結果により,櫛 形電極の応答出力と導電率に対する直線性は, トレードオフの関係にあり,微細構造が必要な 場合においても,電極幅と同程度の電極間距離 を設ける必要があることが示された。

3.2 セル定数

セル定数の実測値と理論値の比較を表2に示 す。セル定数は,電極面積,電極間距離により 規定されるため,測定環境により変動しない定 数であるが 本研究で試作した電極については, 若干の導電率依存性が認められ,特に低導電率 域での誤差が大きかった。このことは, 電極出 力の導電率に対する非直線性に起因していると 考えられ,直線性の改善を図ることにより一定 のセル定数が得られるものと予想される。一方, セル定数の理論値と実測値を比較すると,全て の実測値が理論値よりも低い値を示しているこ とが分かった。この現象を考察するために、 MemsONE B版(財団法人マイクロマシンセン ター)を用いて平面櫛形電極における電界シミ ュレーションを行った。その結果を図5に示す。 これまでの理論計算では考慮されていなかった 電極の厚み(Au3000 、Cr500 )に電界の集 中がみられ,局所的に微小平行平板電極のよう な応答があることが分かった 4)。今後は,これ までの電極作製で考慮してきた電極幅,距離と ともに電極厚さについても検討を行う予定であ る。

3.3 電圧特性

微小電極に電圧を印加すると,非常に狭い領 域に電流が集中するため,電流密度の飽和によ る電圧 - 電流特性の非線形化が懸念される。ま た,電極材料や溶存物質の電気化学的特性によ っては,電極界面において電気化学的反応が進 行し,被測定水の純抵抗によらない反応電流が

#### 表 2 セル定数の比較 (cm<sup>-1</sup>)

	N4	N8	N16	N32
理論値	22.5	9.6	4.5	2.2
実測値 1MΩcm	18.4	8.8	4.4	2.1
実測値 100kΩcm	19.0	8.5	4.1	2.0
実測値 20kΩcm	18.3	8.3	3.9	1.8







発生する場合がある。そこで,試作した微小櫛 形電極における適正な印加電圧を把握するめ, 印加電圧と出力電流の相関を評価した。その結 果を図6に示す。測定を行った導電率域におい ては,印加電圧と出力電流値が全て直線的な相 関となり,オーミックな特性となっていること が明らかとなった。以上の結果により電流密度 の飽和による出力電流値の低下や界面の電気化 学的反応による反応電流が発生していないこと が示された。

3.4 温度特性

一般に水の導電率は,水温 1 上昇につき 2 %上昇することが知られているため,導電率センサにとっては,水温の管理は必須の項目である。併せて電極材料として用いている Au / Cr についても,温度により比抵抗が変動することが知られているため,水温度変化により出力値 に誤差を与えることが考えられた。そこで電極







材料の特性に由来する温度依存的な出力変化を 求めた。図7にその結果を示す。被測定水の水 温上昇に伴う出力電流増加の実測値と実際の導 電率変化に相当する増加を比較したところ,導 電率変化に起因しない出力増加があることが明 らかとなり,電極材料の温度特性による出力電 流の増加が確認された。この電極の材料特性に よる出力上昇を,導電率に換算すると,1 に つき 0.037µS/cm の変動をもたらしていること が明らかとなった。この値は,通常の導電率測 定範囲では無視できる程度の誤差であるが,超 純水等の 1µS/cm 以下の低導電率試料の測定に 際しては,電極温度特性の補正について考慮す る必要があることが明らかとなった。

3.5 交流インピーダンス測定

水の導電率測定では、被測定水の純抵抗と電極 間容量、電極界面由来の成分として電荷移動抵抗 及び電気二重層容量を合成した抵抗を測定する ことになる。これを等価回路として示したものが 図8である。交流インピーダンス測定では,構成 成分を分離して取り扱うことができる。一般に Cole -Cole プロットは半円形状となり,実数軸 との高周波側の交点が測定試料の抵抗,低周波 側の交点が測定試料の抵抗と電荷移動抵抗を合 わせた値を表している。w250s50N32の交流イ ンピーダンス測定の結果を図9に示す。 Cole-Cole プロットに特徴的な半円形状が得ら れたが,低周波域において電荷拡散の影響が現 れたため,電荷移動抵抗,電気二重層容量を算 出することができなかった。しかし, 被測定水 の導電率によりプロット形状が大きく変化して いることから,電荷移動抵抗及び電気二重層容 量が導電率依存的に変動している可能性が示唆 された。

#### 4 結 言

1) MEMS 技術により微小櫛形電極を作製した。電極総本数を増やし,電極間隔を狭めることによりセル抵抗が低下し,高出力の応答が得られた。応答の直線性については,電極間隔を広げることにより向上する傾向がみられた。

2) セル定数の実測値により,セル定数が導電 率依存的性に変動することが明らかとなった。 電界シミュレーションの結果により,電極の厚 み部分の影響が大きいことが明らかとなった。 3) 電圧特性を評価した結果, 0.2~2.0Vp-p の範囲ではオーミックな応答が得られることが 確認された。

 4) 電極温度特性を評価した結果,1 につき 0.037µS/cm の誤差を与えることが明らかとなった。

5) 交流インピーダンス測定により,電荷移動 抵抗及び電気二重層容量が導電率依存的に変動 していることが示唆された。

## 文 献

- 1) 北森他:マイクロ化学チップの技術と応 用, 丸善(2004)
- 2) 青木他:微小電極を用いる電気化学測定法,電気情報通信学会(1998)
- 3) W. Olthuis et al. : Sensors and Actuators B 24-25(1995)252-256
- 4) Roberto de la Rica et al. : Electrochemistry Communications 8(2006)1239-1244

## 酵母ブレンド発酵法によるコクのある発泡清酒の開発

石垣浩佳 工藤晋平 松田義弘 大原武久 小関敏彦

Development of foam sake with flavor by yeast blend fermentation method

Hiroyoshi ISHIGAKI Shinpei KUDO Yoshihiro MATUTA Takehisa OOHARA Toshihiko KOSEKI

## 1 緒 言

若者のアルコール離れ(清酒離れ)が進む中, 清酒業界は新たな清酒ファンを獲得するため, ジャンルを超えた新製品開発に積極的である。 本県においても,清酒ベースの梅酒の開発や発 泡清酒に関する相談が年々増えていた。

我々は,先の事業において高リンゴ酸酒やチ ロソール高生産性酵母の開発を行った。チロソ ールとは酒類に含まれる苦味成分であるが,そ の含量をコントロールすることで清酒中のコク (味の濃さ)として表現できることを解明し, 該酵母を用いた発酵アルコール飲料の製造法と して特許を取得した<sup>1)</sup>。

本研究では,このチロソール高生産性酵母に よるコク成分を主体に,高リンゴ酸や微炭酸と いう特徴を加え,従来の低アルコール酒にはな いコクがあって爽やかな飲み心地をもつ微発泡 清酒を開発した。

#### 2 実験方法

2.1 供試材料

原料米には酒造好適米「出羽の里」を用いた。 酵母は,当センター所有のTY24酵母(チロソ ール高生産性)と2408酵母(リンゴ酸高生産 性)を一定比率でブレンドして使用した。

2.2 小仕込試験

酵母ブレンドによる発酵中の酵母存在比(マイ クロフローラ)と目的成分の生成量を比較するた め,総米1kgによる小仕込試験を実施した。

それぞれの酵母を麹汁培地 10ml (ボーメ 6.5) で 27 ,4 日間静置培養した。これを前培養液 とし,トーマ氏血球板にて酵母数を計測して,新 たな麹汁培地 200ml に植菌した。この本培養液 は,20 で7日間静置培養した。

もろみは,初添時に本培養液全量を添加し,定

法の三段仕込により開始した。酒母からもろみに かけて,各酵母のマイクロフローラはTTC(ト リフェニル・テトラゾリウム・クロライド)染 色法により測定した。

2.3 一次発酵および二次発酵

小仕込試験の結果から,最適とする酵母ブレンド比を決定し,総米 120kgの試験醸造を実施した。

麹は床麹法で製造し,酒母は速醸酒母(中温 速醸)とした。一次もろみは,小仕込試験同様 に三段仕込で仕込み,吟醸仕込に近い低温発酵 経過とした。酒母およびもろみ期間中は,適時 酵母マイクロフローラを測定した。

ー次もろみ上槽後,生成酒に酵母を含む濁り 酒と仕込水を一定量添加して二次発酵を開始し た。二次発酵には,新洋技研工業㈱製の300L 耐圧サーマルタンク(ステンレス製カーボネー ティングストーン装備)を使用した(図1)。



図1 耐圧サーマルタンク

また,発泡清酒の瓶詰試験には,ルーツ機械研 究所製のカウンタープレッシャー充填機 (ROOTS 2+1 フィラー)を用いた。

一般成分は,国税庁所定分析法注解に従い分析した。また,チロソールは,㈱島津製作所製ガスクロマトグラフ GC-15A を使用し,有機酸は㈱島津製作所製高速液体クロマトグラフLC-9Aシステムにより測定した。

#### 3 実験結果および考察

3.1 酵母ブレンドの比較・検証

これまでの研究成果から,酵母ブレンド法は 安全な製法であり,かつ清酒をブレンドする工 程を簡略化できる効率の良い製造方法である。 本研究の目的とする,従来の低アルコール酒に はないコク(味の濃さ)を表現するため,TY24 酵母を主体に 2408 酵母を様々な比率でブレン ドし,発酵経過と目的成分の生成量を比較・検 証した。

総米1kgの小仕込試験で設定した酵母ブレン ド比を表1に示す。

試験区	TY24 酵母	2408 酵母
No.1	100.0	0.0
No.2	80.0	20.0
No.3	60.0	40.0
No.4	50.0	50.0
No.5	0.0	100.0

表1 酵母ブレンド比

各酵母は,前培養液の酵母数を計測し,設定 したブレンド比になるよう添加した。試験区 No.1の酵母数を標準とし,他の試験区の酵母数 を揃えて本培養を開始した。7日間十分な酵母 の増殖を図った後,もろみ期へ移行した。

もろみ期間の発酵経過を図 2 に,もろみ 16 日目の酵母マイクロフローラを表 2 に示す。

発酵力が旺盛なほど炭酸ガスが発生するため,もろみ重量の減少は大きくなる。図2よりみて,2408酵母のブレンド比率が高いほど

1 日あたりの炭酸ガス減量は小さくなり,発酵 が緩慢になっていることがわかる。



図2 1日あたりの炭酸ガス減量の変化

表2 もろみ16日目の酵母マイクロフローラ

試験区	TY24 酵母	2408 酵母
No.1	100.0	0.0
No.2	95.3	4.7
No.3	79.2	20.8
No.4	60.0	40.0
No.5	0.0	100.0

また,表2より,酵母をブレンドした No.2 から No.4 の試験区において,発酵力の強い TY24 酵母が添加時(表1)に比べ増加している ことがわかった。

もろみ発酵期間は 21 日とし,上槽は高速遠 心分離(6000rpm,15min)により行った。上 槽後の各成分の分析結果を表3に,チロソール と総酸(酸度)の生成量を図3に示す。

表 3 上槽後成分の分析結果				
試験区	<u>مت</u> + ۲	アルコール	蔽庪	チロソール
	₩ ->	· 酸度 (%)		(ppm)
No.1	1.0	16.3	2.15	16.2
No.2	1.0	16.1	2.20	15.2
No.3	1.1	16.1	2.30	12.6
No.4	2.0	14.6	2.47	9.7
No.5	3.4	13.3	2.60	4.8

表3からは,発酵力の強いTY24 酵母が多い ほど,ボーメが切れてアルコール分が多く生成 していることがわかる。また,図3より,酵母 マイクロフローラ(表2)に比例して各酵母の 目的成分が多く生産されることが確認された。



図 3 チロソールおよび総酸(酸度)の生成量

3.2 一次もろみ発酵試験

小仕込試験の結果から,コク成分(チロソー ル)を高生産する TY24 酵母とリンゴ酸を高生 産する 2408 酵母を 80:20 でブレンドする方法 を最適とし,総米 120kg の試験醸造を実施した。 試験醸造の仕込配合を表4に示す。

表 4 仕込配合					
	酒母	添	仲	留	計
総米(kg)	9	19	36	56	120
掛米(kg)	6	13	28	45	92
麹米(kg)	3	6	8	11	28
汲水(L)	10	18	43	85	156
乳酸(ml)	67.5				67.5

麹は,全量 28kg を床麹法で製造し,十分な 乾燥後仕込毎に計量し,冷凍庫に保管して使用 した。酒母は,膨れ時の最高ボーメが 16.0,8 日目にボーメ 7.6,アルコール分 9.2%,酸度 6.6,アミノ酸度 0.65 で使用した。

もろみは,留温度が7,徐々に品温を上昇 させ3日目の最高ボーメが9.8であった。酵母 を十分に増殖させる目的で,10日目まで品温を 11 に上昇させ,その後,エキス分が薄まらな いよう急激に温度降下を図った。さらに,十分 なコク成分(チロソール)の生成を促すため, 22日までもろみ期間を保った。

もろみの発酵経過を図4に示す。

ー次もろみに求める条件は,コクを主体とす る味の濃さを残すことであった。そのため,も ろみ前半は酵母の増殖を促す経過とし,もろみ 後半は急激な温度降下を図って味の濃さ(チロ ソールやエキス分等)を保持する発酵経過とし た。



酵母マイクロフローラの推移を図5に,TTC 染色後のコロニーの様子を図6に示す。





図 6 TTC 染色後のコロニー(17日目) ; TY24 酵母, ; 2408 酵母

パイロットスケールの試験醸造において, TY24 酵母は存在比で数%程度増加することが 確認された。また,酒母添加時に 80:20,もろ み初添時には 83:17 であった酵母マイクロフロ ーラは,もろみ期間中ほぼ同じ比率を維持して 推移することが示された。

本研究以後に実施したブレンド比率の異な る試験醸造においても,チロソールと有機酸の 生成量が酵母マイクロフローラに比例して増減 することが確認された。当該酵母による酵母ブ レンド発酵法は,目的成分を生成させるのに有 効な手法であることが示唆された。

3.3 二次発酵およびガス封入試験

上槽した一次生成酒をベースに,二次発酵と 炭酸ガス封入により,低アルコール微発泡清酒 の試作を実施した。

二次発酵の工程は,発泡性を持たせると同時 に加水後に発生しやすい不快なダイアセチル臭 を抑制する効果がある。上槽後オリ引きした一 次生成酒,上槽時に採取した新鮮な酵母(約10<sup>7</sup> 個/ml)を含む濁り酒および仕込水を混合し,

アルコール分を 10%に落とした状態から開始 した。発酵温度は室温で行い,二次発酵期間は 約1ヶ月とした。

ー次生成酒(原酒)と加水した二次発酵前後 の各成分を表5に示す。

	日本 酒度	7NJ-N (%)	酸度	¥חצ−⊮ (ppm)
原酒	- 25	14.7	2.0	48.3
発酵前	- 18	10.3	1.4	37.3
発酵後	- 17	10.4	1.4	37.1

表5 原酒および二次発酵前後の各成分

二次発酵の後半は,不足する炭酸ガスをカー ボネーティングストーンにより徐々に封入(溶 解)させ,目標とするガス圧(ガスボリューム 3.3 前後)を得た(図7)。

今回の製造試験では,発酵温度が低かったた めに二次発酵のみでは十分なガス圧が得られな かったが,カーボネーティングストーンによる ガス封入操作により目標とするガス圧を得るこ とが可能となった。ただし,瓶内二次発酵の試 醸酒との官能評価では,ガスの立ち上がり方や 口中に入れた際の舌触りが微妙に粗いことが認 められた。今後は,より自然発酵に近いガスの 印象に近づけるため,カーボネーティングスト ーンの使用方法やガス溶解のタイミング等を検 討する必要がある。



図7 開発した低アルコール微発泡清酒

なお,この試醸酒を用いて,山形県酒造組合 が主催した「日本酒を楽しむ会」および仙台国 税局が主催した「きき酒会」でニーズ調査を実 施した結果,有効回答122名中101名(8割以 上)の消費者から「美味しい」という評価を得 ることができた。

### 4 結 言

本研究により,以下の手法を確立した。

1) コク成分を高生産する TY24 酵母とリン ゴ酸を高生産する 2408 酵母をブレンドして発 酵させ,目的成分を一定範囲で比例生産させる 酵母ブレンド発酵法を確立した。

2) カーボネーティングストーンを装備した 耐圧サーマルタンクを使用し,二次発酵とガス 封入を組み合わせて,均一なガス圧を持つ低ア ルコール微発泡清酒の製造方法を確立した。

### 文 献

小関敏彦,工藤晋平,松田義弘 他:公開特許
 第 3898652 号(2007)

## 赤かぶの色調変化防止技術の開発 【平成19年度価値創造型研究開発推進事業若手研究者スタートアップ推進枠】

#### Prevention of color change of red turnip

#### 安食雄介 飛塚幸喜 野内義之

#### Yusuke AJIKI Koki TOBITSUKA Yoshiyuki NOUCHI

## 1 緒 言

庄内地域では300年以上前から赤かぶの栽 培が行われ,そのほとんどが甘酢漬けに加工 されている。甘酢漬けの鮮やかな色調は,ア ントシアニン系色素によるものであるが,こ の色素は加工中や流通・保存時に赤褐色に変 化する。この色調変化が賞味期限を決定する 大きな要因となっており,その防止技術の開 発が望まれている。

そこで,赤かぶの加工中および加工品にお ける色調変化を防止するため,赤かぶに含ま れるアントシアニン系色素の色調安定性に ついて,共存成分(糖,有機酸,ミネラル)の 影響を調査したので報告する。

## 2 実験方法

- 2.1 市販品の調査
- 2.1.1 試料

市販の赤かぶ甘酢漬け4種類を使用した。

2.1.2 成分分析

試料の漬け液について pH, 滴定酸度, 食 塩(モール法), Brix 糖度を測定した。

- 2.2 共存成分の影響調査
- 2.2.1 試料

山形県産の温海かぶを使用した。

2.2.2 色素液の調製

試料を包丁で約 1cm 角のさいの目に切断 した後,同重量の酢酸水溶液(0.6g/100mL)を 加え,冷暗所(3)で3日間放置した後,孔径 0.8µmの酢酸セルロースメンブレンフィル 夕で吸引ろ過し,ろ液を色素液とした。

## 2.2.3 pHの影響調査

色素液の pH を 0.1N 水酸化ナトリウム水 溶液で 4.1 から 9.6 の範囲に変化させた後に ろ過滅菌し,胴径 16.5mm,長さ 130mmの ガラス製ねじ口試験管に約10mL ずつ無菌的 に分注し,保存試験に供した。保存は室温, 南側窓際で行い,保存0,15,30日目にそれ ぞれpHと色の測定を行った。色は透過物体 色の測定方法(条件 e(n-n) St5W5:JIS Z 8722)で,分光光度計(島津製作所製 Multi spec-1500)を用いて測定した。

2.2.4 共存成分の影響調査

色素液に共存成分(糖,有機酸,ミネラル) を加えた後に 2.2.3 と同様に保存と測定を行った。共存成分とその濃度を表1に示す。

#### 3 実験結果および考察

3.1 市販品調査

色素液の調製条件と共存成分の添加濃度を 設定するために市販品の成分分析を行った。 市販品の成分分析結果を表2に示す。市販品 の酸濃度は平均0.55g/100mL であった。そ

	表1 供試した共存成分			
共存成分 の種類	成分名	添加濃度 (g/100mL)		
糖	グルコース フルクトース スクロース マルトース トレハロース	10,20 (無水物換算)		
有機酸	酢酸 クエン酸 D(-)リンゴ酸 コハク酸 アスコルビン	<b>0.2</b> 駿		
ミネラル	塩化ナトリウ. 硫酸カリウム ´ アルミニ	ム <sup>2</sup> ,2.5, 3,3.5 ウム <sup>0.2</sup>		
	塩化マグネシ 塩化カルシウ.	ウム 0.2 ム <u>0.2</u>		

こで,表1に示した有機酸を加えた後の酸濃 度が市販品とほぼ同じになる様,2.2.2の酢酸 水溶液の濃度を0.6g/100mLに設定した。ま た,2.2.4の糖添加濃度を10g/100mLと 20g/100mLに,塩化ナトリウム添加濃度を 2.0g/100mLから3.5g/100mLの範囲に,そ れぞれ設定した。

表2 市販品の成分

試料	pН	滴定酸度* (g/100mL)	食塩 (g/100mL)	Brix 糖度
Α	3.6	0.64	2.8	18
В	4.0	0.39	3.4	20
С	3.1	0.45	2.6	23
D	3.1	0.70	2.8	21
		*		- = = +

\* 滴 正 骸 度 は 酢 骸 換 算

3.2 pHの影響調査

アントシアニン系色素は,一般に pH によ り色調が変化するものが多く,色素の安定性 も変化することが知られている<sup>1)</sup>。そのため, 色素液の pH を変化させて保存試験を行い, 色調安定性への影響を調べた。

結果を図1に示す。a\*はL\*a\*b\*表色系の 指標の1つで,大きいほど赤色が強いことを 示す。pH4.1から9.6の間では,pHが低い ほど初期のa\*が大きく,赤色が強かった。保 存によりa\*は5付近に収束した。また,初期 のa\*が5以上の時,保存日数に対するa\*の 傾きは初期のpHによらずほぼ一定になるこ とがわかる。赤色を長期間保持したい場合は,



図 1 pH を変化させたときの色調安定性

pH を下げて初期の a\*を大きくすることが有 効と考えられた。

3.3 共存成分の影響調査

3.3.1 糖の影響調査

赤かぶ甘酢漬けの調味液には糖が含まれて いる。赤かぶの色素の主成分はシアニジンの 配糖体であり<sup>2)</sup>還元糖を含むことから,色素 の糖脱離やメイラード反応に調味液中の糖が 競合し,色素の退色に影響すると考えられた。 そこで,種々の還元糖,非還元糖を加え,色 素液の色調安定性が変化するかを調べた。保 存日数が同じ対照区とでa\*を比較したが,全 ての試験区で差は見られなかった。

3.3.2 有機酸の影響調査

赤かぶ甘酢漬けの調味液には糖のほかに有 機酸も用いられる。有機酸にはキレート作用 や抗酸化性があるものがあり,使用する有機 酸の種類により赤かぶ色素の安定性が変化す る可能性があるため,色素液に種々の有機酸 を加え色調安定性が変化するかを調べた。

対照区との a\*の差と保存日数との関係を 図 2 に示す。全ての保存日数において, pH は酢酸区で 3.9, クエン酸区で 3.6, リンゴ酸 区で 3.6, コハク酸区で 3.8, アスコルビン酸 区で 3.9, 対照区で 4.1 であった。アスコル ビン酸区については, pH を下げることで初 期の a\*を上げる効果はあるものの,色調安定 性が他の有機酸に比べて著しく低下すること がわかった。アスコルビン酸は食品の退色防 止のために用いられることが多いが,赤かぶ



図2 有機酸添加区の色調安定性

色素液に対しては色調を安定化する効果はないと考えられる。

3.3.3 ミネラルの影響調査

赤かぶは漬物に加工する前段階で,塩蔵で 保存されることが多い。塩蔵期間中赤かぶは 退色することがないため,赤かぶの色調安定 性には塩化ナトリウムが影響している可能性 がある。また,アントシアニン系色素は2価 もしくは3価の金属イオンと配位結合し,そ の色調を変える事が知られており<sup>3)</sup>,色調安 定性にも関わる可能性が高い。そこで,色素 液に種々のミネラルを加え色調安定性が変化 するかを調べた。

対照区との a\*の差と保存日数との関係を 図 3 に示す。全ての保存日数において, pH は塩化ナトリウム区でいずれも 3.9, 硫酸カ リウムアルミニウム区で 3.7,塩化マグネシ ウム区で 4.0,塩化カルシウム区で 4.0,対照 区で 4.1 であった。硫酸カリウムアルミニウ ム区では,前述のクエン酸区やリンゴ酸区よ り pH が高いにもかかわらず a\*の変化はほぼ 同じであった。pH が低いほど a\*が大きいと いう 3.2 の結果と併せて考えると,硫酸カリ ウムアルミニウムの a\*を上げる効果は他の 供試した共存成分より高いと推測される。

3.3.4 L<sup>\*</sup>, b<sup>\*</sup>への影響 ここまで, a\*だけに着目して考察したが,



図3 ミネラル添加区の色調安定性

共存成分を変化させることにより,透過物で は色の濃さの指標となる L\*や,黄色・青色の 程度を示す b\*も変化する可能性があるため, この実験系における a\*と L\*, a\*と b\*の関係 を確認した。

a\*とL\*の関係を図4に示す。負の相関 (R<sup>2</sup>=0.72)が見られたことから,a\*が大きく赤 みが強いときはL\*が小さく色が濃いと考え られる。

同様に a\*と b\*の関係を図5に示す。負の 相関(R<sup>2</sup>=0.73)が見られたことから,a\*が大き く赤みが強いときは b\*が小さく青みが強く, 本来の赤かぶの色である赤紫に近いと考えら れる。回帰直線から外れた点が左上と右下に 存在するが,左上はアスコルビン酸30日目 の点で,退色が著しいことが原因と考えられ る。右下は硫酸カリウムアルミニウム添加時 の点であるが,他のほとんどの試験区では回 帰直線上にあることから,この硫酸カリウム



アルミニウム添加時の色調変化については, 添加濃度に依存するものではなく,色素の性 質に依存するものと考えられる。

4 結 言

赤かぶ色素液の色調安定性について,共存 成分の影響を調査した結果,以下の知見が得 られた。

1) pHを下げて初期の a\*を大きくすること で,色素液の赤色を長期間保持できた。 2)供試した全ての糖は,色素液の色調安定 性にほとんど影響しなかった。

3)アスコルビン酸は, 色素液の色調安定性 を著しく低下させた。

4)供試したアスコルビン酸以外の有機酸は, 色素液の色調安定性にほとんど影響しなかった。 5) 硫酸カリウムアルミニウムは a\*を上げ る効果が他の全ての供試した共存成分より 高かった。

## 文 献

1) 片山脩・田島眞: 食品と色,光琳, 2003, 96 頁

2) Kiharu Igarashi, Shinobu Abe, Junko Satoh : Agric. Biol. Chem., 54(1990)171.

3) 大庭理一郎・五十嵐喜治・津久井亜紀夫:
アントシアニン - 食品の色と健康 - ,建帛社,
2000,48頁

## 粘性物質を含有する農産物を利用した食品の物性改良

野内義之 飛塚幸喜 安食雄介

The rheological improvement of paste foods using agricultural products including mucilage

Yoshiyuki NOUCHI Koki TOBITSUKA Yusuke AJIKI

### 1 緒 言

オクラ,サトイモ,モロヘイヤ等が示す粘性 は多糖類,糖タンパク質等に由来するといわれ ており,その化学的性質やレオロジーについて は多くの研究がなされてきた<sup>1-3</sup>。

本研究ではこれら農産物が含有する粘性物 質を利用した加工食品の物性制御を試み,高齢 者(咀嚼,嚥下困難者)用食品への適用可能性 を検討した。加工食品のモデルとして,枝豆, 豚肉のペーストを用い,粘性物質を含有する農 産物を添加した際の力学的特性変化について評 価した。

#### 2 実験方法

2.1 各種農産物の凍結乾燥粉末の調製

前処理として,サトイモは可食部を幅 2 cm に切った後沸騰水中で 30 分間加熱した。オク ラ,ジネンジョは可食部を幅 1 cm に切り,加 熱せずに使用した。モロヘイヤは葉部を沸騰水 中で 2 分間加熱した。それぞれ凍結乾燥(乾 燥温度 25 ,13.3 Pa,48 h)し,乾燥物を粉 砕機(アズワン株式会社製 Continuous Cool Mill RIH-01)にて粉砕した。得られた各農産 物の粉末を凍結乾燥粉末(以下,粘性粉末)と した。市販冷凍枝豆の可食部を同様に凍結乾燥 後粉砕したものを枝豆粉末とした。

2.2 枝豆モデルの調製

枝豆粉末に各粘性粉末を 0.1 wt%,または 0.5 wt%,2.5 wt% 加えた。得られた各混合粉 末 10 gに蒸留水 20,25,または 30 mlを加 え混練し,計 9 種類のペースト状枝豆モデル (以下,枝豆試料)を調製した。

枝豆粉末 10gに蒸留水 20,25,または 30 ml を加えたものを対照(ブランク)とした。

2.3 豚肉生モデル,豚肉加熱モデルの調製

豚モモ肉 100 g を手動式ミートチョッパー (4mm プレート)にて挽肉にし,蒸留水 25 ml を加えて粉砕機(三洋電機株式会社製 SM-KM39)にて均質なペースト状になるまで カッティングした。得られた豚肉ペーストに各 粘性粉末 0.2 wt% または 1.0 wt% を加えて 混練し,豚肉生モデル(以下,豚肉生試料)を 調製した。

豚肉生試料 約 45gをガラス製ビーカー( 50mm×H70mm)に充填し15分間蒸煮した。 分離した液体部分を除き,固形部分を豚肉加熱 モデル(以下,豚肉加熱試料)とした。

2.4 力学的特性の評価

枝豆試料,豚肉生試料はステンレス製皿( 40 mm×H15 mm)に充填し,測定試料とした。 豚肉加熱試料は中心部から 40 mm×H15 mmの円柱状に成型し,ステンレス製皿に入れ て測定した。

テクスチャー測定はテクスチャーアナライ ザー(株式会社島津製作所社製 EZTest)を使 用し,平板型プランジャー(20mm)により 圧縮速度 500 mm/min,クリアランス 5 mm の等速圧縮を 2 回繰り返した。得られたテク スチャー記録曲線より硬さ,粘着性,凝集性を 求めた。

## 3 実験結果および考察

3.1 枝豆試料の硬さ

食品の硬さは,低いほど咀嚼負担が軽減され るため,咀嚼能力の低下した高齢者には食べ易 いとされている。

枝豆試料の粘性粉末添加割合と硬さの関係 を図1に示す。水分割合 67 %におけるオクラ 2.5 wt%添加枝豆試料を除き,全ての枝豆試料 で粘性粉末を添加することにより硬さが低下し た。

また,粘性粉末の添加割合増加に伴いジネン ジョでは硬さが低下したものの,オクラ,モロ ヘイヤでは逆に増加した。粘性粉末の添加によ り最も大きく硬さが低下したのは,水分割合 67%,ジネンジョ 2.5 wt%添加した枝豆試料だ った。

これらのことから,粘性粉末および水の添加 量を適切に定めることにより,枝豆試料の硬さ を低減し,食べ易さを向上させる可能性が示さ れた。

3.2 枝豆試料の粘着性

粘着性はべたつきの指標であり,これが低い ほど口腔内に食品が付着しづらく,嚥下が容易 になるとされている。

枝豆試料の粘性粉末添加割合と粘着性の関 係を図2に示す。枝豆試料に各粘性粉末を加え ることにより全ての試験区で粘着性が低下し た。また,オクラ,モロヘイヤでは「硬さ」と 同様に添加割合増加に伴い、粘着性が増加した。 粘性粉末の添加により最も大きく粘着性が低下 したのは,水分割合 67%,ジネンジョ 2.5 wt% 添加した枝豆試料だった。

これらのことから,枝豆試料への粘性粉末添 加は粘着性を低減し,食べ易さを向上させる可 能性が示された。

3.3 枝豆試料の凝集性

凝集性はまとまり易さの指標であり,これが 高いほど食塊を形成し易く飲み込みやすいとさ れている。

枝豆試料の粘性粉末添加量と凝集性の関係 を図3に示す。オクラ添加区を除き,全ての枝 豆試料で凝集性があまり変化しなかった。オク ラ添加区では,オクラの添加量増加に伴い凝集 性が低下した。「硬さ」,「粘着性」とは異な り,全ての枝豆試料において水分割合の違いに よる凝集性の変化は見られなかった。

これらのことから,粘性粉末を添加した枝豆 試料の凝集性は増加せず,まとまり易さを向上 することはできなかった。





:サトイモ, \*:オクラ, :モロヘイヤ, :ジネンジョ

3.4 豚肉試料の加熱による重量変化

豚肉生試料に対する豚肉加熱試料の重量比 を図4に示す。豚肉生試料は加熱した際に離水 を生じたため,液分を除き固形部分のみを豚肉 加熱試料とした。これにより,豚肉加熱試料の 重量は加熱前に比べ、離水した量だけ減少した。

全ての豚肉加熱試料で粘性粉末の添加量増 加に伴い加熱前後の重量変化率が減少した。オ クラを添加した豚肉加熱試料が最も重量変化率 が少なかった。これは粘性粉末が豚肉加熱試料 の保水性を向上させ,離水量を減少させたため と考える。

3.5 豚肉生試料,豚肉加熱試料の硬さ

豚肉生試料の粘性粉末添加量と硬さの関係 を図 5a)に示す。サトイモを 0.2 wt%添加した 豚肉生試料を除き,全ての豚肉生試料において 粘性粉末の添加量増加に伴い硬さが増加した。 これはペースト状に加工した豚肉に乾燥した粘 性粉末を添加したため,粘性粉末が吸水して豚 肉生試料の水分割合が低下し,硬さが増加した ものと考える。

豚肉加熱試料の粘性粉末添加量と硬さの関 係を図 5b)に示す。オクラ、サトイモ、モロヘ イヤは 0.2 wt%添加した試験区では硬さが増 加したものの、1.0 wt%添加した試験区では硬 さが低下した。オクラは添加割合の増加に伴い 硬さが低下した。3.4 の結果より、オクラを添 加した豚肉加熱試料は加熱前後の重量変化率が 最も小さかったことから、水分が試料中に多く 含まれ硬さの低下に影響したものと考える。

#### 3.6 豚肉生試料,豚肉加熱試料の粘着性

豚肉生試料の粘性粉末添加量と粘着性の関 係を図 6a)に示す。オクラは添加量の増加に伴



図 4 豚肉加熱試料の粘質粉末添加割合と重量比 :サトイモ, \*:オクラ, :モロヘイヤ, :ジネンジョ



図5 豚肉試料の粘性粉末添加割合と凝集性 :サトイモ,\*:オクラ,:モロヘイヤ,:ジネンジョ い粘着性が低下した。また,オクラを除いた全 ての豚肉生試料において粘性粉末の添加量増加 に伴い粘着性が増加した。これは粘性粉末添加 量の増加に伴う「硬さ」の変化と同様に豚肉生 試料の水分割合が減少したため粘着性が増加し たものと考える。

豚肉加熱試料の粘性粉末添加量と粘着性の 関係を図 6b)に示す。全ての豚肉加熱試料にお いて粘性粉末を 0.2 wt%添加した試験区では 粘着性が増加したものの,1.0 wt%添加した試 験区では粘着性が低下した。0.2 wt%添加した 試験区では,加熱による豚肉の結着に粘性粉末 が介在し,豚肉加熱試料の硬さ,粘着性が増加 したためと考える。しかし,1.0 wt%添加した 試験区ではそれ以上に粘性粉末の保水力による 豚肉加熱試料中の水分量増加が影響し,粘着性 が低下したものと考える。

3.7 豚肉生試料,豚肉加熱試料の凝集性

豚肉生試料,豚肉加熱試料の粘性粉末添加量 と凝集性の関係を図7に示す。全ての豚肉試料 でほぼ同じ凝集性の値を示した。また,オクラ を添加した豚肉生試料,加熱試料は添加量の増 加に伴い若干の凝集性低下がみられた。

4 結 言

粘性粉末を添加することによる枝豆試料およ び豚肉試料の力学的特性の変化を評価した結果 以下の知見が得られた。

- 1)枝豆試料に粘性粉末を添加することによ り硬さ,粘着性が低下した。
- 2)枝豆試料に対する粘性粉末の添加量増加 に伴い,ジネンジョでは硬さ,粘着性が 低下し,オクラ,モロヘイヤは増加した。
- 3)ジネンジョでは添加量,水分割合によら ず枝豆試料の硬さ,粘着性が最も大きく 低下した。
- 4)サトイモ,モロヘイヤ,ジネンジョを添加した豚肉加熱試料は0.2 wt%試験区で硬さ,粘着性が増加し,1.0 wt%試験 区で硬さ,粘着性が減少した。凝集性に大きな変化は見られなかった。
- 5) 豚肉加熱試料にオクラを添加すること で,凝集性は若干低下したものの,硬さ を大きく低減することができた。



b) 豚肉加熱試料

図 6 豚肉試料の粘性粉末添加割合と粘着性 :サトイモ, \*:オクラ, :モロヘイヤ, :ジネンジョ



図 7 豚肉試料の粘性粉末添加割合と凝集性 :サトイモ, \*:オクラ, :モロヘイヤ, :ジネンジョ

#### 文 献

- 1) 新井貞子, 阿久澤さゆり, 澤山茂, 川端 3) 山崎英次, 栗田修: 三重県科学技術振 晶子: 家政誌, 47(6), 555-562 (1996).
- 2) 河野亜紀, 細田千晴, 高橋智子, 大越ひ ろ:家政誌,57(1),13-20 (2006).
- 興センター工業研究部研究報告,No.31 (2007)

## '紅さやか'(サクランボ)ポリフェノールの生理機能と加工利用

## 菅原哲也 石塚健 五十嵐喜治

Physiological function and Processing utilization of Polyphenols in Sweet Cherry c.v Benisayaka

Tetuya SUGAWARA Ken ISHIZUKA Kiharu IGARASHI

## 1 緒 言

本県のサクランボ生産量は年間約 15,000 ト ンであり,全国の約 73 %を占めている(平成 15 年)。

\*紅さやか '(図1)は山形県農業総合研究センター生産技術試験場が開発し,平成3年に品種登録され,同年,県の奨励品種に指定されている。現在,県内で40ha 程栽培されており,食味は良好で,完熟した果実は果皮・果肉にアントシアニン色素を多量に含むことが最大の特徴である。

近年,国外産サクランボにアントシアニンや ケルセチン等のポリフェノールが含まれること が報告されている<sup>1)</sup>が,国内で栽培される品種に 関しては,これまで全く研究されていない。

そこで,本研究において,国内で栽培されるサ クランボのアントシアニン,フラボノイドを定 量し,国外産サクランボとの比較を行った。さ らに,'紅さやか'アントシアニンの生理機能 を動物実験により評価するとともに,企業と連 携してサクランボ色素を含有する新規な加工食 品を試作したので報告する。

## 2 実験方法

2.1 分析試料(サクランボ果実)

分析に用いたサクランボは,山形県農業総合 研究センター農業生産技術試験場圃場にて採取 した。国内で栽培される主要な7品種('佐藤 錦''高砂''紅さやか''紅秀峰''月山錦'' Napoleon''Jabouley'),および国外で栽培さ れる6品種('Conpactlambert''Van'' Greatbigarreau''Redglory''Mertonfavrite ''seneca')を分析試料とした。



図1 紅さやか果実

2.2 サクランボのアントシアニン分析

サクランボに 5%酢酸を加え,ホモジナイズ 後,ろ過(メンプレンフィルター,0.45µm)し, HPLC 分析の試料とした。HPLC 装置は島津製 作所(株)製 LC-10A 型を使用した。分析 HPLC 用のカラムは Migtysil RP-18(4.6×mm i.d. ×250 mm, 関東化学)を用い,カラム温度 40

にて分析を行った。溶出溶媒に溶媒 A(10% 酢酸-5%アセトニトリル,v/v)と溶媒 B(10% 酢酸-50%アセトニトリル,v/v)を用いた。分析 は45分で溶媒 Bの濃度が20%,50分で70%と する直線濃度勾配で行った。成分の検出には2 波長検出器(SPD10AV,島津製作所)を用い, 検出波長は510,530nmとした。標準試料とし て用いたシアニジン-3-O-グルコシドはフナコ シ(株)から購入し,シアニジン-3-O-ルチノシ ドは'紅さやか'から精製して使用した。

2.3 サクランボのフラボノイド分析

サクランボに 80%エタノールを加え,ホモジ ナイズ後,ろ過(メンブレンフィルター, 0.45µm)し,HPLC 分析の試料とした。HPL C装置およびカラムはアントシアニン分析に使 用したものと同様のものを使用した。溶出溶媒





には溶媒 C(2%酢酸-5%アセトニトリル,v/v), 溶媒 D(2%酢酸-50%アセトニトリル,v/v),を 用い,分析は,まずカラムを 10%溶媒 D で平衡 化後,D の濃度が 25 分で 40%,60 分で 80%と なる直線濃度勾配で行った。流速は 1.0ml/min とし,検出は 280,360nm で行った。分取 HPLC に は Inertsil PREEP-ODS( 20mm i.d. ×250mm, GL Science)カラムを使用し,流速 6.0ml/min で溶出した。その他は分析 HPLC と同様の条件で行った。また,粗精製したフラ ボノイドの主要成分は,エレクトロスプレー二 重収束磁場型質量分析計(マイクロマス社製, ZabspecQ,以下 ESI-MS)にて解析した。標準 試料として用いたルチンはフナコシ(株)から 購入した。

2.4 '紅さやか'アントシアニン調製

動物実験に用いた '紅さやか'アントシア ニンの調製は以下のように行った。すなわち, '紅さやか'に 5%酢酸を加え,ホモジナイズ 後,吸引ろ過(5A版)し,イオン交換樹脂であ るダイヤイオン HP20(三菱化学製)を充填し たカラムクロマトに供した。さらに,蒸留水に てカラムを洗浄後,80%エタノールにてアント シアニンを溶出した。溶媒除去後,少量の 0.0 5%塩酸-メタノールに溶解し,過剰のジエチル エーテルを加えて沈殿を生成させた。沈殿物を シリカゲルデシケータ中で 24 時間減圧下,乾



ルチン含有量(mg/100g) 図3 サクランボ各栽培品種のルチン含有量

燥し動物実験に使用した。

2.5 (紅さやか) アントシアニンの生体吸収 実験動物は(株)日本クレアより購入した 7 週齢,初期体重 230gの Wistar 系雄ラットを用 いた。(紅さやか) アントシアニンを0%,0.1%, 1%,5%各リンゴ酸溶液に溶解させ,12 時間 絶食させたラットに経口投与した。投与量 は 100mg/kg とし,採血はネンブタール麻酔下 腹部大動脈より行い,血漿を各種分析に使用し た。血漿に含まれるポリフェノール成分は,血 漿を除タンパク処理し,HPLC にて分析した。

2.6 '紅さやか'アントシアニンの糖尿病 性酸化ストレス緩和効果

実験動物は 8 週齢 Wistar 系雄ラット((株) 日本 SLC より購入)を用い,5 日間 '紅さやか 'アントシアニンを経口投与(100mg/kg 体重) した後,ストレプトゾトシン(以下 STZ)を腹 腔内投与(60mg/kg 体重)した。経時的に血 糖値を測定するとともに,STZ 投与から 24 時 間後に最後のアントシアニン試料を経口投与 し,48 時間後にネンブタール麻酔下で解剖し た。心臓より採血を行うとともに,肝臓を摘出 し,血漿および肝臓の過酸化脂質濃度を分析し た。生体試料の過酸化脂質定量にはデタミナー LPO(過酸化脂質測定キット,協和メディック ス(株)製)を使用した。



2.7 '紅さやか'(果汁)を活用した加工 食品開発

食品企業 6 社と協力し, '紅さやか'果汁 を利用した加工食品を試作した。また,試作 した加工食品の物性評価を行うとともに,ア ントシアニン色素等を分析した。

### 3 実験結果および考察

3.1 サクランボのアントシアニン分析

国内外にて栽培されているサクランボ各品種 について,主要なアントシアニンであるシアニ ジン-3-O-グルコシド,シアニジン-3-O-ルチノ シドを定量した。今回分析に用いたサクランボ の中で最もアントシアニン含有量が高い品種は 'Seneca'であり,国内の栽培品種の中では '紅さやか'であった。また,国外の栽培品 種は総じてアントシアニン含有量が高い傾向 を示した(図2)。

3.2 サクランボのフラボノイド分析

HPLC および ESI-MS 分析の結果, '紅さやか'に含まれるフラボノイドの主要成分として, ルチンを同定することができた。さらに今回分析に用いたすべてのサクランボからルチンを検出することが可能であった。また,サクランボのルチン含有量は, アントシアニン含有量より低く, 0.8 ~ 8.7 mg/100g 程度であった(図3)。

3.3 '紅さやか'アントシアニンの生体吸 収

アントシアニンは,主に小腸上部(上皮細



胞)より吸収され、一部は胃からも吸収され る<sup>2)</sup>。果実等に含まれる代表的なアントシア ニンであるシアニジン-3-0-グルコシドは経口 投与したラットの血漿からアグリコン型ではな く,配糖体型で検出され,その濃度は投与後 15 分で最大となることが報告されている<sup>3)</sup>。また, アントシアニジンを構成する3つの芳香環の うち,B環にカテコール構造を有するアント シアニンは肝臓や腎臓において,代謝を受け, それら臓器では主にメチル化体として存在す ることが報告されている4)。'紅さやか'ア ントシアニンの主要成分であるシアニジン -3-O-ルチノシドは、配糖体のままで血漿中 より検出され,さらにアントシアニンを溶 解する溶媒の pH が低い(リンゴ酸濃度が高 い)ほど、血漿中の濃度が顕著に増加する傾 向を示した。

3.4 '紅さやか'アントシアニンの糖尿病 性酸化ストレス緩和効果

STZ は, 膵臓のランゲンハンス島 細胞中で 特異的に酸化障害を誘発し, 細胞を破壊する。 また, 酸化ストレスによる肝障害を引き起こし, 肝臓における過酸化脂質量が増加することが報 告されている<sup>5)</sup>。動物実験の結果, '紅さやか 'アントシアニンを経口投与したラットは, 統 計的に有意ではないものの, STZ 投与後の血漿 の過酸化脂質濃度の上昇を抑制する傾向を示し (図4), 肝臓の過酸化脂質濃度においては, 対 照群と比較し, 有意に低い値を示した(図5)。

3.5 '紅さやか'(果汁)を活用した加工 食品開発 食品企業と協力し, '紅さやか'果汁を利用 した加工食品として麺製品,洋菓子,食肉加工 品,漬物等を試作した。それぞれ, '紅さやか 'のサクランボ色素による着色,風味付けが 可能であった。

## 4 結 言

 1) \* 紅さやか ' に含まれるフラボノイドとし てルチンを同定した。サクランボのルチン含 有量は 0.8 ~ 8.7mg/100g 程度であった。
 2) \* 紅さやか ' アントシアニンの生体吸収,生 体内における酸化ストレス緩和効果を動物実験 により明らかにした。

3)企業と連携し, '紅さやか'果汁を活用し た新規な加工食品を試作した。

## 文 献

- 1) Branka, M., *et al* : Food Technol Biotechnol, 2002, Vol. 47. p208.
- 2) 大庭理一郎 他:アントシアニン-食 品の色と健康-,2000,144頁.
- 3) Miyazawa, T., *et al* : J. Agric Food Chem, 1999, Vol. 47. p1083
- Tsuda, T., *et al* : FEBS lett, 1999, Vol. 449, p179.
- 5) 升本早枝子 他:日本食品科学工学会 第 54 回大会講演集,2007,62 頁.

## 抄録 / 論文発表

DEVELOPMENT OF CU-BASED CNT COMPOSITE ELECTRODES FOR LOW WEAR PROPERTY IN ELECTRICAL DISCHARGE MACHINING 鈴木庸久 齊藤寛史 加藤睦人 藤野知樹 三 井俊明

International Journal of Electrical Machining, No.13, pp. 41-44

Asian Electrical Machining Symposium (AEMS) '07(2007.11.29)

ダイヤモンドに匹敵する高熱伝導性を有する カーボンナノチューブを含有させた銅めっき被 膜の形成条件を検討した。CNT 添加量 1g/L の 硫酸銅めっき浴を用いて形成した CNT 複合め っき被膜を放電加工用電極として用いたとこ ろ,CNT 複合電極は,通常銅電極に比べ電極 消耗が約1/2となり,CNT 含有による電極 の低消耗化が確認できた。

Development of an Electromagnetically Driven Optical MEMS Mirror with Functions of Z-axis Vibration and X, Y Bi-directional Tilting, and an Application to Low Coherent Optical Interferometer 渡部善幸 阿部泰 岩松新之輔 三井俊明 高 橋義行 佐藤敏幸

電気学会論文誌 E, Vol.128, p.1 and pp.70-74. (2008)

第 24 回「センサ・マイクロマシンと応用シス テム」シンポジウム(2007.10.17)

2 軸傾斜機能と,1 軸高周波微小振動機能を 有する電磁駆動型光 MEMS ミラーを開発し, 低コヒーレント光干渉計への組み込みによる板 厚,屈折率計測を行った。

MEMS ミラーは電磁駆動型で,反射ミラー を周回するコイルへの通電により Z 軸方向に 高周波微小振動する(共振周波数:28.5kHz, 駆動電圧:5.24Vpp,振動振幅:0.9μm)。また, 可動フレーム上に形成した 2 層平面コイルへの 通電により 2 軸傾斜が可能である(X 軸傾斜角 : ± 10.6<sup>°</sup>/± 10mA, Y 軸傾斜角: ± 5.2<sup>°</sup>/± 10mA(光学角))。光源を SLD(中心波長 832nm) としたタイムドメイン型光干渉計に MEMS ミ ラーを組み込み, Z 軸微小振動を用いた同期検 波を行ったところ,ガラスウェハの表裏両面の 反射ピークが明確に観測され,板厚や屈折率計 測の高感度化に有効であることを実証した。

High Speed Spectral Domain Optical Coherence Tomography with Forward and Side-Imaging Probe

高橋義行 渡部裕輝\* 佐藤学\*

Japanese Journal of Applied Physics, 47, 6540-6543 (2008)

全ファイバー型低コヒーレンス干渉計をベー スに、分光技術を用いた断層画像化手法である SD-OCT(Spectral domain optical coherence tomography)システムを構築して 20,000 A-scan/s の高速計測を実現し、更に、このシステムを光 ロータリーコネクタを用いた高速走査光ファイ バー型プローブと統合し、内視鏡への融合化を 目的に 40fps で観察可能な OCT システムを構 築した。本システムで人指の計測を行い、表皮、 真皮、汗腺の観察を行った。また、マウスの気 管支の計測を行い粘膜上皮、粘膜下組織の観察 ができることを確認した。 \* 山形大学大学院理工学研究科

山形八千八千阮珪工于前九杆

Thermal Effects on Ultrasonic Joining of Thin Plastic Films Using Torsional Vibrations (ねじり振動を用いたプラスチック薄片の超音

波接合における発熱の影響について)

高橋剛\* 亀橋健一\* 渡辺一巳\* 内山健太\* 栗山卓\* 宮田剣\* 久松徳郎

JJAP Vol.47,No.8, pp.6431-6436(2008)

大きな振幅を持つ超音波振動によって材料の 界面に発生した熱が超音波接合における支配的 要因であると長い間信じられてきた。しかし, 著者らの行った低密度ポリエチレンフィルム (VLDPE)のねじり振動を用いた超音波接合実験においては,なんら明確な発熱の影響を認めなかった。

接合実験において,厚さ0.1mmの2枚のVLDPE フィルム界面における温度は73 までしか上昇 せず,接合部の偏光顕微鏡観察においても融解 した痕跡は認められなかった。

示差走査熱量計(DSC)による熱分析の結果,V LDPEの融点は約110 であることが明らかになった。超音波接合した試験片はヒートシールし た試験片とは異なり,熱的特性は未使用のVLDP Eフィルムとなんら明確な違いを示さなかった。

また,VLDPEフィルムは,80 前後の温度下 で30分お互いに圧接した後においても接合は起 こらなかった。

\* 山形大学工学部

球状黒鉛鋳鉄とステンレス鋼とのアプ セット溶接特性に及ぼす入熱量の影響 平塚貞人\* 鈴木剛 堀江皓\*小綿利憲\*晴山 巧\*

鋳造工学 230-237 (2008) 日本鋳造工学会

アプセット溶接法を用いて球状黒鉛鋳鉄 (FCD)と3種類のステンレス鋼(SUS)との接合 実験を行い,接合部の接合組織と機械的性質に 及ぼす入熱量の影響について検討を行った。そ の結果,入熱量の小さい接合条件ではFCDと SUSとの接合界面にモットル組織が晶出した。 入熱量を大きくすると溶融部が加圧により端面 に押し出され,接合界面組織はモットル組織か らパーライト基地のFCD組織となった。入熱 量の増加にともなって引張強さの値は上昇し た。FCDとSUS403との接合では,入熱量が2.04 × 10<sup>4</sup> Jでの接合試験片の場合,引張試験にお いてFCD 側での母材破断が観察され,伸びは 2.3%となった。 \* 岩毛大学工学部

ラ・フランスパウダーの開発と利用 <sup>飛塚幸喜</sup>

食品と技術,3,18-21 (2008)

ラ・フランス(西洋ナシ)を原料とした新し

い粉末状食品素材「ラ・フランスパウダー」を 開発した。ラ・フランスの芳香を保持するため にシクロデキストリン(CD)の包接作用を活 用した。ラ・フランスの香気成分と各種 CD と の相互作用について検討したところ,ラ・フラ ンスの主要な香気成分である酢酸エステル類 は, -CD と多くの包接複合体を形成し,包接 されたエステルは水の存在下で徐々に放出され ることがわかった。ラ・フランスに -CD を添 加して粉末化加工したところ,果実に含まれる 主な香気成分のうち,酢酸ヘキシルでは約96%, 酢酸プチルでは約86%が保持された。

# オウトウのアントシアニンおよびルチ

ン含有量と品種間差異

菅原哲也 五十嵐喜治\*

日本食品科学工学会誌,第55巻,第5号(2008)

日本で栽培される甘果オウトウ各栽培品種の アントシアニンおよびフラボノイド成分を同定 ・定量し、国外の栽培品種と比較した。

各種カラムクロマト,およびESI-MS,FT-NMR等 の機器分析により,甘果オウトウの主要なアン トシアニン成分として,シアニジン3-0-ルチノ シド,シアニジン3-0-グルコシドを同定した。 国内の栽培品種では'紅さやか'のアントシア ニン含有量が最も高い値を示した。また,甘果 オウトウの主要なフラボノイドとしてルチンを 同定するとともに,甘果オウトウにおいて,ルチ ン含有量とシアニジン3-0-ルチノシド含有量と の間に高い相関があることを明らかにした。 \*山形大学農学部

## 抄 録 / 口 頭 発 表

脆性材料の精密研削加工に関する研究 田中善衛 半田賢祐 宮本祐司<sup>\*</sup> 庄司克雄<sup>\*\*</sup> 厨川常元<sup>\*\*\*</sup> 閻紀旺<sup>\*\*\*</sup>

2008 年度精密工学会秋季学術講演会 (2008.9.18)

次世代情報機器の高精度化に伴い, 脆性材料 の精密研削加工が要求されている。 脆性材料の中 で特に加工が困難な水晶の平面研削加工を従来 のレジノイドボンドおよび特殊なハイブリッドボンド の2種類のダイヤモンド砥石を用いて研削性を検 討した。加工条件による砥粒の挙動を確認するとと もに加工条件と表面粗さや平面度などの加工精度 との関係を調べた。 #1200 のハイブリッドボンドダイ ヤモンド砥石により表面粗さ Ra12nm の鏡面が得 られた。

\* 旭ダイヤモンド工業株式会社

\* \* 東北大学名誉教授

\* \* \* 東北大学

切断砥石による石英ガラスの高品位溝 加工に関する研究

江端潔 本多啓志\* 半田賢祐 田中善衛

2008 年度砥粒加工学会学術講演会(2008.9.3) 検査分析の分野を中心に,石英ガラスに高 品位な微細角溝を形成する技術が求められて いる。本研究では,薄型切断砥石による石英 ガラスの溝加工において,ダイヤモンド砥粒 がレジンボンドに埋没しながら摩滅摩耗する 現象を確認し,この現象を利用して砥粒切れ 刃の高密度化と切れ刃高さの整列を行った結 果,適正な研削条件のもとに底面粗さ 21nmRa,側面粗さ7nmRa,幅250µm,アス ペクト比1の微細角溝を得ることができた。 \*東ソー・クォーツ株式会社

CNTを含有した機能性複合Niめっき被膜の開発(第5報)-めっき浴中でのCNT分 散状態の改善-加藤睦人 鈴木庸久 藤野知樹 三井俊明 佐竹康史 齊藤寛史 小林誠也 第118回表面技術協会講演大会(2007.9.2) 我々は,機械的強度と熱伝導性に優れたカーボ ンナノチューブ(以下 CNT)とニッケルとの 複合めっき技術の開発を行っている。CNT は 水系溶媒等への分散性が悪いため,めっき液中 での均一な分散状態を維持するために様々な研 究が行われている。本研究では,デキストリン の分散剤としての効果を調べたところ,デキス トリンと超音波撹拌の併用は,めっき液中での CNT の分散状態を良好に維持する効果がある ことがわかった。

Development of CNT-Coated Diamond Grains Using Self-Assembly Techniques for Improving Electroplated Diamond Tools

鈴木庸久 三井俊明 藤野知樹 加藤睦人 佐 竹康史 齊藤寛史 小林誠也

International Symposium on Advances in Abrasive Technology 2008(2008.10.1)

表面処理を行ったカーボンナノチューブおよ びダイヤモンド砥粒を用い,表面官能基の化学 結合および自己凝集力により,溶液中でカーボ ンナノチューブをダイヤモンド砥粒表面に自己 組織化的に被覆することができた。カーボンナ ノチューブは緻密なネットワーク構造を取り, カーボンナノチューブを被覆したダイヤモンド 砥粒は,通常のダイヤモンド砥粒に比べ保持力 の改善が見られた。

Improvement of grain retentivity of Ni-based coatings on electroplated diamond tools by codepositing CNT 鈴木庸久 今野高志\* 衣袋光\* 第7回界面ナノアーキテクトニクスワークショップ(2007.12.14)

超音波振動を用いた CNT 複合めっき方法 を検討し,表面粗さおよび被膜硬さなどの特 性を調べた。次に,シェア試験による単粒保 持力の評価方法を提案し,砥粒保持力を定量 的に評価した。最後に φ0.5 mm, φ3 mmの 軸付きダイヤモンド電着砥石を試作し,加工 試験により工具寿命を評価した。

\*ジャスト株式会社

CNTを含有した機能性めっき被膜の開 発と工具への応用

鈴木庸久 今野高志\* 齊藤寛史 加藤睦人 藤野知樹 三井俊明

第193回電気加工研究会(2008.6.13)

CNT 複合めっき被膜の開発, CNT 複合めっ き被膜を用いた砥粒保持力の改善, 小径軸付き ダイヤモンド電着砥石の開発と工具寿命の評 価,放電加工用低消耗電極の開発と消耗特性の 評価について報告した。

\* ジャスト株式会社

CNT複合めっき被膜を用いた高性能・ 高寿命電着工具の開発

鈴木庸久 三井俊明 藤野知樹 加藤睦人 齊 藤寛史

SURTECH2008 (2008.9.10-12)

NEDO 産業技術研究助成事業 平成 20 年度第 4 回研究成果報告会(2008.9.16)

マイクロ波を用いた CNT の酸化処理法の開発,強力超音波を用いた CNT 複合 Ni めっき被膜の開発,PR めっきによる CNT 含有量の制御, CNT 被覆ダイヤモンド砥粒の開発について報告した。

放電加工用CNT複合銅電極に形成され る放電痕の観察

鈴木庸久 加藤睦人 三井俊明 藤野知樹 佐 竹康史 齊藤寛史 小林誠也

2008 年度精密工学会秋期大会学術講演会 (2008.9.17)

ダイヤモンドに匹敵する高熱伝導性を有する カーボンナノチューブを含有させた銅めっき被 膜を放電加工用電極に用い,通常銅電極に比べ 電極消耗が少ないことを確認した。低消耗にな る要因を確かめるために,電極表面に形成され る放電痕の性状を観察,分析し,カーボンナノ チューブの有無による違いを比較した。

ダイヤモンド電着軸付砥石によるア ルミナセラミックスの微細穴加工

~小径ダイヤモンド電着軸付砥石の長 寿命化を目指したインプロセス計測技 術~

一刀弘真

IMY 連携会議「自動車部材連携における超精密 加工技術 Gr」3 県共同研究「微細立体形状加 工技術」報告会(2008.2.14)

アルミナセラミックスの高アスペクト比微細 小径穴加工は、ディーゼルエンジンの燃料噴射 装置部品などへの利用が期待されている。しか し、小径ダイヤモンド電着軸付砥石による加工 では、切りくずの目詰まりにより工具折損が頻 繁に発生する。本研究では、目詰まりによる加 工抵抗の変化から、加工状態をインプロセスで 計測し、目詰まりを検出する計測技術の開発を 行った。

2008 年度精密工学会秋期大会学術講演会 (2008.9.18)

脆性材料の高アスペクト比微細小径穴加工 は,光ファイバー整列ブロックや半導体製造装 置部品などの加工に不可欠な技術であり,加工 コスト低減から更なる工具の長寿命化が求めら れる。工具である小径ダイヤモンド電着軸付砥 石の折損原因の1つは,切りくずの目詰まりに よる切れ味の低下である。本研究では,目詰ま りによる加工抵抗の変化から,加工状態をイン プロセスで計測し,目詰まりにいたるプロセス について検討した。

ダイヤモンド平バイトによる単結晶シ リコンの高能率旋削加工技術の開発 <sub>齊藤寛史</sub>

2008年度精密工学会秋期大会学術講演会

近年,加工機が高精度化したことに伴い,脆 性材料の切削加工に関する研究が行われてい る。その結果,適切な加工条件下では,延性的 な加工が可能であることが明らかとなってき た。しかし,一刃あたりの切取り厚さを小さく する必要があるため,加工能率が課題のひとつ である。本研究は,単結晶シリコンの切削加工 における加工能率改善を図るため,切込み量を 大きくとる加工方法を検討した。

小径ダイヤモンド電着工具による石英 ガラスの溝加工

-電着工具底面形状が表面粗さへ及ぼ す影響-

村岡潤一 一刀弘真

**2008**年度精密工学会秋期大会学術講演会 (2008.9.15~17)

マシニングセンタによる石英ガラスの高精度 微細加工を目指して,ダイヤモンド電着軸付砥 石のツルーイングを試みた。石英ガラス,軟鋼, ダイヤモンド電着ドレッサの3種のツルアにつ いて検討し,それぞれの特性を確認した。また, ダイヤモンド電着ドレッサでツルーイングする 際の工具送り速度についても検討し,低速の場 合に加工形状,表面粗さの面で良好な結果を得 た。

微小電極を用いたマイクロチャネル用 高感度導電率センサの開発

岩松新之輔 阿部泰 渡部善幸 丹野裕司 佐藤敏幸

平成 20 年電気学会全国大会(2008.3.20)

マイクロ化学チップ用の高感度検出システ ムとして,小型化,集積化の観点から有望視さ れている手法が,微細電極を用いた電気化学検 出である。電気化学検出の感度は,電極形状に 依存し,高感度な測定を行うためには微弱電流 の検出が必要となる。そこで本研究では, MEMS 技術を用いた微細電極の作製及び高感 度導電率測定系の構築を行った。測定系の検討 の結果,ロックインアンプを用いることにより 微弱電流の検出が可能となった。さらに電極形 状を櫛形にすることにより,微小電極の課題と される高出力化が図られ,低導電率域でも安定 した応答が得られた。

CNTを含有した機能性複合Niめっき被膜の開発(第4報) - パルス電解めっき による被膜形成の検討 -

三井俊明 鈴木庸久 加藤睦人 藤野知樹 佐 竹康史 齋藤寛史 小林誠也

表面技術協会第 118 回講演大会 (2008.9.2)

CNT 共析量の増加を目的とした PR パルスめ っきが CNT 複合 Ni めっき被膜に及ぼす影響を 調べた。カソード時間:アノード時間が2:1, 6.7Hz,電流密度がそれぞれ 5A/dm<sup>2</sup> でパルスめ っきを行うことにより,被膜表面およびバルク での CNT 含有量が約2倍に増加することが判 った。CNT 含有量が増加した条件でも被膜硬 さは向上せず,CNT 含有および PR めっきの2 つの要因により結晶構造が変化するためと考え られる。

砕石粉と珪砂粘土の焼結特性

豊田匡曜 松木和久 船山博\*

平成 19 年度産業技術連携推進会議東北地域部 会秋季合同分科会(2007.10.4)

未利用の県産窯業資源から機能性建材を作製 する可能性を探るため,低温焼成原料の探索を 行った。これまでの珪砂粘土の検討事例を基に, 新たに砕石粉等について性状分析を行うととも に焼成体の物性試験を行った。

収集した砕石粉等 7 試料中の 1 つに長石を 多量に含むものを見いだし、単独で用いる場合, 1100 程度でガラス質の焼結体を得ることが できた。この砕石粉は可塑性が不足することか ら,珪砂粘土を添加し,成型性の向上と低温焼 成での強度向上を両立することができた。 \*財団法人産業技術振興機構

末端官能基化星型ポリ(フェノキシプ ロピレンスルフィド)の合成と光硬化 反応

平田充弘 落合文吾\* 遠藤剛\*\*

第 57 回高分子討論会(2008.9.24)

アニオン重合を用いて末端に光硬化性基を有
する三本腕の星型ポリ(フェノキシプロピレン スルフィド)を合成し,スピンコートによる成 膜の後,紫外光照射を行った。光硬化性基にス チリルメチル基を用いることで *M*n=7800, *M*w/*M*n=1.18 のポリマーが得られた。ジアクリ ル系化合物を添加して感光評価を行ったとこ ろ,残膜率は80%程度であった。 \*山形大学工学部機能高分子工学科

\*\*近畿大学分子工学研究所

食用菊ポリフェノールとマウスにおけ る四塩化炭素誘発肝障害予防機能

菅原哲也 五十嵐喜治\*

第 41 回日本栄養・食糧学会東北支部大会 (2007.10.3)

山形県で栽培されている食用菊各部位(ガク, 葉,花弁),各栽培品種(4種)の総ポリフェノ ール含有量を分析するとともに,HPLC,ESI-MS 等の機器分析により成分を推定した。また、コ トブキ(栽培品種)から,カラムクロマト(充 填剤:ダイヤイオン HP20)を使用し,調製した 粗ポリフェノール画分は,マウスを用いた実験 において,四塩化炭素が誘導する肝障害を抑制 する傾向を示した。

\* 山形大学農学部

酸化オウトウ(*Prunus Cerasus*.L)の ポリフェノールと糖尿病性酸化ストレ ス抑制効果

菅原哲也 五十嵐喜治\*

日本食品科学工学会第 55 回大会 (2008.9.7)

山形県にて栽培される酸果オウトウ(品種: Earlyrichmond)の主要なアントシアニンとし て,シアニジン3-0-グルコシルルチノシド,シア ニジン3-0-ルチノシドを同定するとともに,フ ラボノイド数種の化学構造を推定した。また, カラムクロマト(充填剤:ダイヤイオン HP20) を使用し,調製した粗ポリフェノール画分は,動 物実験(ラット)により,ストレプトゾトシン が誘導する血糖値の上昇を抑制する傾向を示し た。また,ポリフェノールを投与したラット血 漿および肝臓における過酸化脂質量はコントロ ールと比較し,有意に低い値を示した。

\* 山形大学農学部

## 研究成果広報委員

高	橋		誠	小	関	敏	彦
佐	藤	敏	幸	松	木	和	久
丹	野	裕	司	小	林	誠	也
佐	藤		昇	渡	辺		健
向		俊	弘	石	塚		健

山形県工業技術センター報告 No.40(2008) 2009年(平成21年)1月

- 発行山形県工業技術センター 〒 990-2473 山形市松栄二丁目2番1号 Tel. (023)644-3222
- 印刷 株式会社 大風印刷