

山形県工業技術センター報告

REPORTS OF YAMAGATA RESEARCH INSTITUTE OF TECHNOLOGY

No. 43 (2011)

山形県工業技術センター

YAMAGATA RESEARCH INSTITUTE OF TECHNOLOGY

目 次

論 文

超硬合金を用いた単結晶ダイヤモンド工具の機上成形（第2報）	1
小林庸幸 一刀弘真 齊藤寛史	
石英ガラス研削における極微粒ダイヤモンド砥粒切れ刃の変化に関する研究	5
松田丈	
進行波モードを用いた複合めっき用超音波振動板の形状設計	9
村岡潤一 鈴木庸久	
電磁駆動型2軸可動MEMSグレーティングと近赤外低コヒーレンス 干渉法を用いた3次元形状計測	13
渡部善幸 高橋義行 阿部泰 岩松新之輔 矢作徹 小林誠也 今野俊介 佐藤敏幸	
プラスチックペレット形状計測システムの開発	20
今野俊介 高橋義行 佐藤敏幸 小田あゆみ 佐藤忍	
電界集中を利用した局所的ポーラスシリコンの形成及び界面活性剤添加効果	23
矢作徹 岩松新之輔 渡部善幸 小林誠也	
アルミニウムによる黒鉛コーティング銅パイプの铸ぐるみ	27
小川聖志 芦野邦夫 槇寛	
接種処理の最適化による球状黒鉛铸铁の組織微細化	31
松木俊朗 小川仁史 山田享 長谷川徹雄 前田健蔵 長谷川文彦 鹿毛秀彦	
碎石粉のコンクリート用としての品質試験	36
豊田匡曜 藤野知樹	

界面前進凍結濃縮・膜分離複合法による新規の果実香料素材開発	41
飛塚幸喜 安食雄介 野内義之 宮脇長人 小林康弘 佐藤文隆	
抗ピル性の高い防縮羊毛糸の開発	47
平田充弘 小関隆博 尾形広行 日比野伸 佐藤功一	
可搬型スマートセンサを用いた電力等測定（技術支援事例）	51
多田伸吾 近尚之 高橋勝弘 叶内剛広 海老名孝裕 森谷茂	
抄 録	55

CONTENTS

Papers

On-Machine Shaping for Single Crystalline Diamond Tool with Tungsten Carbide	1
Tsuneyuki KOBAYASHI Hiromasa ITTO Hiroshi SAITO	
Study on Changing Grain Cutting Edge of Extremely Fine Diamond Wheel in Fused Silica Grinding	5
Takeshi MATSUDA	
Geometric Design of Flexural Traveling Wave Vibration Disk for Composite Electroplating	9
Jun-ichi MURAOKA Tsunehisa SUZUKI	
Electromagnetically Dual-axis Driven MEMS Grating, and its Application to 3D Profiling with Near Infrared Low Coherence Interferometry	13
Yoshiyuki WATANABE Yoshiyuki TAKAHASHI Yutaka ABE Shinnosuke IWAMATSU Toru YAHAGI Seiya KOBAYASHI Shunsuke KONNO Toshiyuki SATO	
Development of Plastic Pellet Form Measurement System	20
Shunsuke KONNO Yoshiyuki TAKAHASHI Toshiyuki SATO Ayumi ODA Shinobu SATO	
Local Fabrication Technique of Porous Silicon by Concentration of Electric Field and Effect of Addition of Surfactants to Hydrofluoric Solutions	23
Toru YAHAGI Shinnosuke IWAMATSU Yoshiyuki WATANABE Seiya KOBAYASHI	
Aluminum Insert Casting of Copper Pipe Coated with Carbon Graphite	27
Satoshi OGAWA Kunio ASHINO Hiroshi MAKI	

Microstructure Refinement of Spheroidal Graphite Cast Iron by Optimized Inoculation Process.....	31
Toshiro MATSUKI Hitoshi OGAWA Toru YAMADA Tetsuo HASEGAWA Kenzo MAEDA Fumihiko HASEGAWA Hidehiko KAGE	
Qualification Test of Crushed Stone Powder for Concrete	36
Masaaki TOYODA Tomoki FUJINO	
Development of New Fruits Flavor by Progressive Freeze-concentration and Membrane Separation	41
Koki TOBITSUKA Yusuke AJIKI Yoshiyuki NOUCHI Osato MIYAWAKI Yasuhiro KOBAYASHI Fumitaka SATOH	
Development of Wool Yarn with Anti-shrinking and Anti-pilling	47
Mitsuhiro HIRATA Takahiro KOSEKI Hiroyuki OGATA Makoto HIBINO Kouichi SATOU	
Electric Power Measurement by Movable Smart Sensor	51
Shingo TADA Naoyuki KON Katsuhiro TAKAHASHI Takehiro KANOUCHI Takahiro EBINA Shigeru MORIYA	
Abstracts	55

超合金を用いた単結晶ダイヤモンド工具の機上成形（第 2 報）

【中東北 3 県公設試技術連携推進会議共同研究（IMY 連携共同研究）】

小林庸幸 一刀弘真 齊藤寛史

On-Machine Shaping for Single Crystalline Diamond Tool with Tungsten Carbide

Tsuneyuki KOBAYASHI

Hiromasa ITTO

Hiroshi SAITO

1 緒 言

近年、光学部品の成形に利用される高硬度金型の超精密加工が求められている。これら金型のうち、曲面上に微細溝形状を有する加工には単結晶ダイヤモンド工具が有効である。この加工では、金型が高硬度のため工具寿命が短く、形状や大きさのため 1 本の工具で加工できない場合、工具交換が必要となる。工具交換には、あらかじめ新しい工具の準備が必要、工具の刃先位置が工具交換前と完全には一致しないことから工具位置補正のための予備加工が必要、といった問題点がある。この問題を解決する方法として、筆者らは単結晶ダイヤモンド工具を工作機械に取り付けたまま研磨・成形する機上成形を提案している^{1)~3)}。

一般に単結晶ダイヤモンド工具は、スカイフと呼ばれる铸铁円盤にダイヤモンドのスラリーを塗布して回転させ、工具を押しつけることにより研磨される。しかしこの方法を機上成形に用いると、ダイヤモンドのスラリーが工作機械の案内面

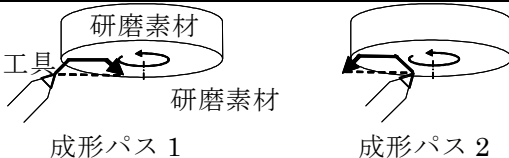
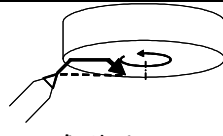
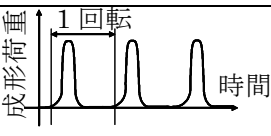
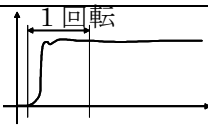
に進入し、工作機械の精度を低下させる可能性があるため、適用は困難である。このため筆者らは、铸铁円盤およびダイヤモンドペーストに代わる研磨素材を用いることにより、機上成形を実現するものである。

本報では、研磨素材に付与する溝の本数および溝幅を変化させたときの研磨特性について検討した。

2 実験方法

表 1 に過去の検討条件、図 1 に実験装置外観、および表 2 に実験条件を示す。回転する超合金円盤（以下、研磨素材）に単結晶ダイヤモンドバイト（以下、工具）を微小切込みさせることにより工具側を研磨・成形する。実験は超精密複合マイクロ加工機（Fanuc 製 ROBO nano UiA）を用い、工具を固定する刃物台に切削動力計（キスラー製 9256C1）を設置した。工具は 60° V 形状バイト（アライドマテリアル製 New D バイト），加工液は放電加工油（新日本石油製メタルワーク

表 1 過去の検討条件

検討項目		検討した条件	有効な条件
研磨素材		ステンレス鋼 SUS304, 石英ガラス, 超合金	超合金
研磨素材・超合金	成形荷重, N	0.1, 0.2, 0.5, 1.0	0.2 以下
	成形パス	 成形パス 1 成形パス 2	 成形パス 1
	研磨素材表面状態	研削面, 鏡面	研削面
	研磨状態	 断続研磨	 連続研磨

HS) を用いた。本報の実験条件には、表 1 の過去の検討条件のうち“有効な条件”を利用した。

研磨素材はあらかじめ溝を付与したバインダレス超微粒子超硬合金（富士ダイス製 JF03）を用い、表 1 の断続研磨条件を定量的に比較できるようにした。溝深さは表 2 の切込量 $3\mu\text{m}$ と比較し十分深い $30\mu\text{m}$ 程度とした。この研磨素材を旋削スピンドルに取り付けたのち、実験前にダイヤモンド電着軸付砥石の砥粒を刃先とした旋削加工により研磨素材の平面出しを実施した。工具と研磨素材の位置関係、工具結晶方位および成形パスを図 2 に示す。実験では、工具刃先に過度の成形荷重がかからないようにするため、表 2 に示す成形荷重を下回るまでスパークアウトを繰り返したのち、次の微小切込みを与える操作を実施した。図 3 に研磨前後の工具形状および研磨面積を示す。

工具観察は走査型電子顕微鏡（FEI 製 Quanta400）を用い、これらの画像から研磨により失われた面積（以下、研磨面積）を画像処理ソフトウェア ImageJ を用いて求めた。工具のチップング（欠け）の有無についても電子顕微鏡画像から判断した。

図 4 に各実験で用いた研磨素材形状を示す。ここで、次式で表される研磨長さ比を導入する。

$$\begin{aligned} \text{研磨長さ比} &= \frac{\text{研磨部円弧長}}{\text{円周}} \\ &= \frac{\text{研磨部円弧長}}{\text{研磨部円弧長} + \text{溝部円弧長}} \quad (1) \end{aligned}$$

この研磨長さ比は、研磨素材 1 回転あたり工具が研磨素材に接触している割合を示し、溝幅および溝本数により変化する。本報では、研磨長さ比の影響を調べるため溝本数一定とし溝幅のみを変化させる実験 a)、および溝本数の影響を調べるため研磨長さ比が一定となるよう溝本数を変化させる実験 b)を実施した。実験 a)および b)で研磨長さ比が 0.548 の研磨素材は同一条件である。

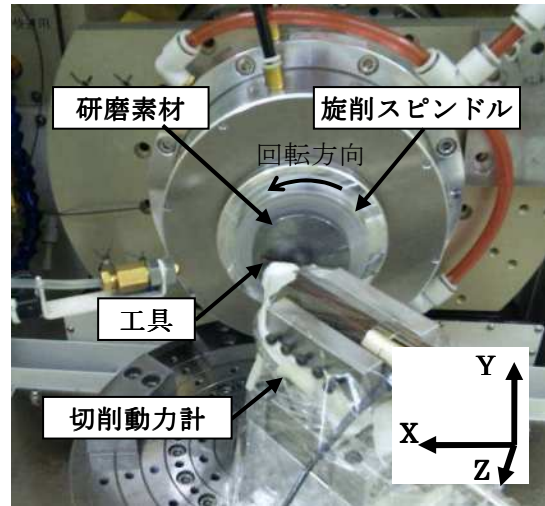


図 1 実験装置外観

表 2 実験条件

研磨素材回転数	3000min^{-1}
工具送り速度	9mm/min
1 回転あたり 工具送り量	$3\mu\text{m/rev}$
切込量	$0.05\mu\text{m}$ ずつ $3\mu\text{m}$ まで
研磨半径	$21.5\sim 24.5\text{mm}$
半径方向送り量	3mm
成形荷重	0.2N
工具接触角	15°

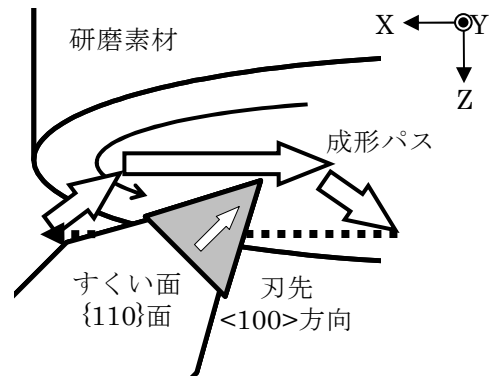


図 2 工具と研磨素材の位置関係、工具結晶方位および成形パス

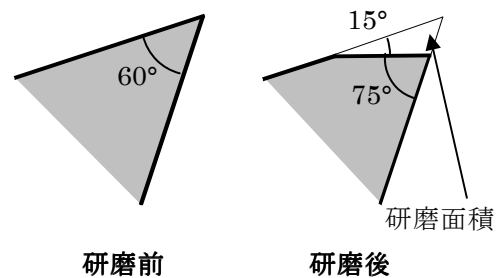


図 3 研磨前後の工具形状および研磨面積

外観			
溝幅, mm	24	16	8
溝本数	4	4	4
研磨長さ比	0.301	0.548	0.777

a) 研磨長さ比の影響

外観			
溝幅, mm	32	16	8
溝本数	2	4	8
研磨長さ比	0.510	0.548	0.555

b) 溝本数の影響

図 4 研磨素材形状

3 実験結果および考察

3.1 研磨長さ比の影響

図 5 に溝本数を 4 本一定とし、研磨長さ比を 0.301, 0.548, 0.777 と変化させたときの研磨面積を示す。研磨長さ比が大きくなるほど研磨面積も増加する傾向がみられる。また、いずれの溝本数でもチップングの発生は確認されなかった。このことから、研磨長さ比を大きくとることにより、チップングを発生させず効率よい研磨ができることがわかった。

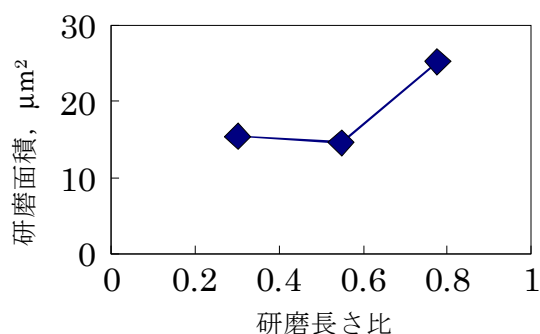


図 5 実験 a) 研磨長さ比の影響

3.2 溝本数の影響

図 6 に研磨長さ比を 0.510~0.555 とほぼ一定とし、溝本数を 2, 4, 8 本と変化させたときの研磨面積を示す。溝本数が少ないほど研磨面積が増加していることがわかる。その上、溝本数 8 本のとき工具に図 7 に示すチップングが発生した。このことから、溝本数を少なくすることは、研磨効率およびチップング抑制の両方に寄与するものと考えられる。さらに溝本数を 0 にした場合は表 1 の連続研磨に該当し、これまでの研究から連続研磨ではチップングが発生することがわかっている²⁾。このため、少ない本数の溝を研磨素材へ付与することが有効と考え

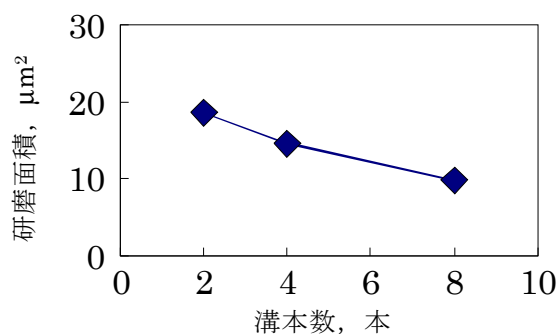


図 6 実験 b) 溝本数の影響

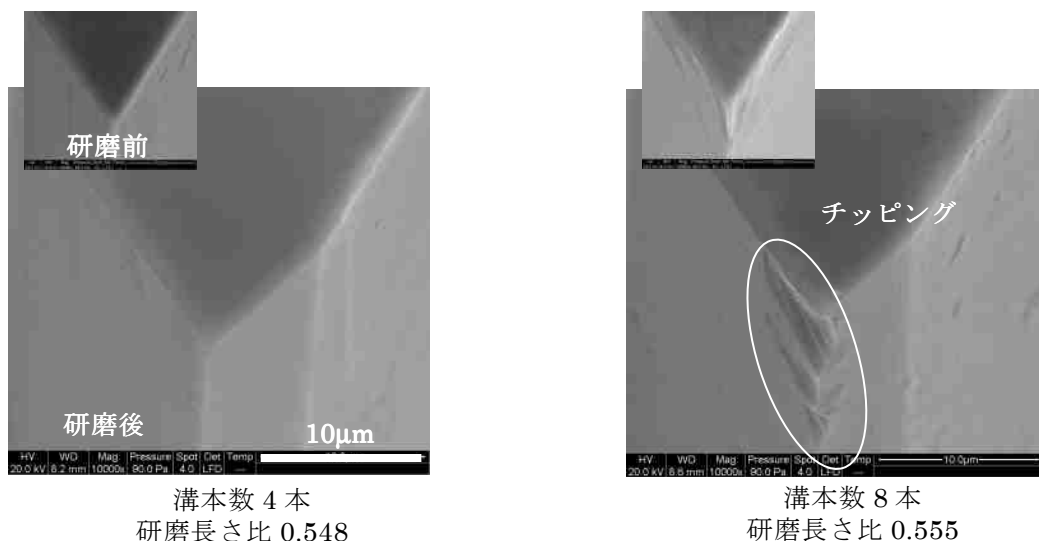


図 7 研磨前後の工具画像

られる。

チップング発生の原因として、研磨屑のかみ込みや工具と研磨素材エッジとの衝突等が考えられるが、溝本数 8 本で発生したチップングについては、溝本数が多いため研磨屑の排出が容易なこと、およびエッジとの衝突回数が他条件より多いことから、エッジとの衝突が主原因と推測される。

3.3 成形パス数の影響

図 8 に成形パス数と工具の総切込量の関係を示す。スパークアウト 1 回も成形パス数に数えられるため、研磨中に成形荷重が 0.2N を下回りにくい、すなわち研磨が進行しにくい条件の下で、規定の総切込量に達するまでの成形パス数が増加することになる。図 8 から、溝本数 8 本の条件の成形パス数が他の条件と比較し突出しており、研磨が進行しにくい条件であることが推測される。今回実施した条件のうち、チップングが発生したのはこの溝本数 8 本の条件だけであり、成形パス数とチップング発生の関係が示唆される。

4 結 言

研磨素材に溝を付与し機上成形実験を実施したところ、以下の知見を得た。

- 1) 研磨長さ比を長くするほど研磨面積が増加する。
- 2) 溝本数が少ないほど研磨面積が増加する。溝

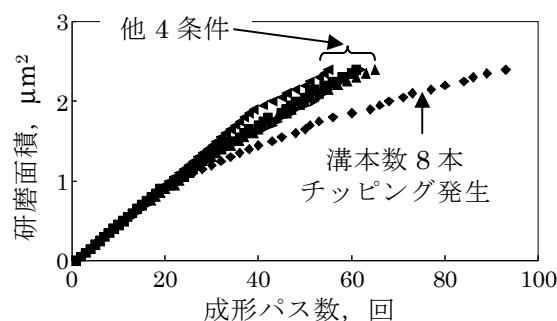


図 8 成形パス数と総切込量

本数 8 本るとき工具にチップングが発生した。

- 3) チップングが発生する条件では、他条件と比較し成形パス数が大幅に増加する傾向が見られる。

文 献

- 1) 小林庸幸, 高橋俊広, 一刀弘真, 齊藤寛史：精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, 2010, 61 頁。
- 2) 一刀弘真, 高橋俊広, 小林庸幸, 齊藤寛史：山形県工業技術センター報告, No.42 (2010) 6。
- 3) 一刀弘真, 高橋俊広, 小林庸幸, 齊藤寛史：精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, 2011, 977 頁。

石英ガラス研削における極微粒ダイヤモンド 砥粒切れ刃の変化に関する研究

松田 丈

Study on Changing Grain Cutting Edge of Extremely Fine Diamond Wheel in Fused Silica Grinding

Takeshi MATSUDA

1 緒 言

研削加工は自動車、精密機器、半導体デバイス等に使用される部品の鏡面仕上げ加工として幅広く行われている加工法である反面、複雑な相互要因を多く抱えており、技能を有する加工法であるといわれる。加工機械、加工条件、被加工物、加工工具である研削砥石といった多くのパラメータを抱える要素が相互に影響しあうためである。なかでも研削砥石は三次元的にランダムな構造をしており砥粒分布や摩耗状態の把握は非常に困難である。また、ドレッシングや加工の進行に伴い研削性能を左右する砥粒突き出し量や有効切れ刃数といったパラメータは逐次変化し、加工物に与える影響も変化している。このような複雑な研削加工現象を解明する上で、砥石作業面状態を加工機上で直接観察・測定することは非常に有効な手法といえる。

本研究では、石英ガラスを加工対象とした研削加工過程において極微粒ダイヤモンドホイール表面を白色光干渉方式の高精度・非接触3次元表面性状測定機により機上観察し、砥石作業面状態の変化が加工物に与える影響についての検討を行った。また、後工程に影響を与えるき裂深さの評価も併せて行った。

2 実験方法

2.1 実験装置

観察装置の外観を図1に示す。実験の都度取り外しが可能となるように測定機のヘッド部分をサインバイスにて掴み、マグネットチャックにより固定した。砥石表面の観察はホイールカバーとの干渉を考慮し、斜め下45°からとした。加工機は超精密成形平面研削盤（ナガセインテグレックス SGU-52HP2）を、測定機は



図1 装置外観図

非接触3次元表面性状測定機（Taylor Hobson Talysurf CCI1000）を使用した。また、解析には同社製Talymap Platinum版を用い、砥粒突き出し量と砥粒数の変化を求めた。

図2は一部が脱着可能な砥石をドレッシングし、砥石作業面の同じ箇所をSEMと機上観察装置で観察し比較したものである。両者とも凹凸や位置に関する情報がほぼ同じであり、機上での観察の有効性が確認された。

2.2 ツルーイング・ドレッシング

カップツルアを用いてツルーイング・ドレッシングを行った。実験条件を表1に示す。10パス毎に砥石作業面を機上観察し、平均砥粒突き出し量および砥粒率の変化を求めた。基準となる高さはアボット負荷曲線での高さ分布のピーク値とし、砥粒率は基準高さからの砥粒突き出し量の体積割合と定義した。実験結果に示す砥石作業面状態には基準高さ以上のみを示した。

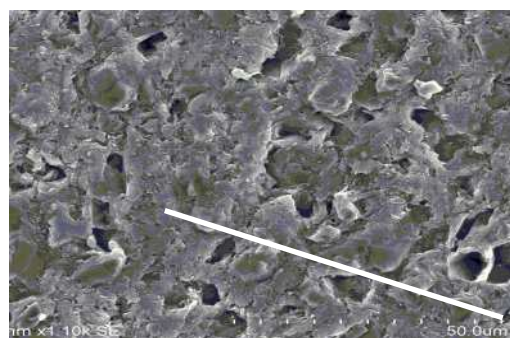
2.3 通常研削・クリープフィード研削

ドレッシングを行った砥石により石英ガラス（40×25×5mm, Super Polished）の研削加工を表1に示す2通りの加工条件にて行い、同じ研削

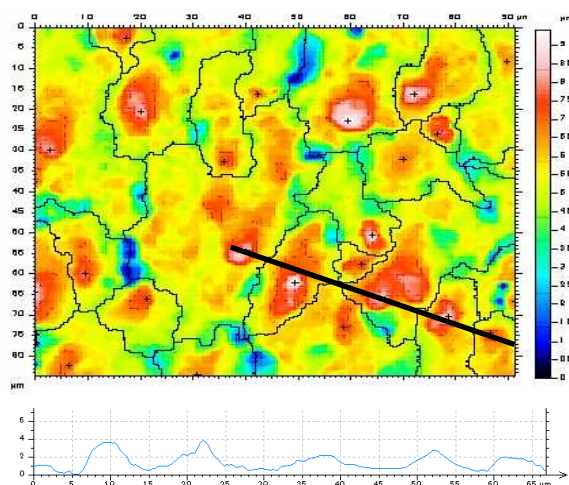
除去量毎に砥石作業面状態を机上観察した。併せて圧電式動力計（Kistler 9257B），非接触表面粗さ計（Zygo New View）により研削抵抗と表面粗さを測定した。

2.4 き裂深さ測定

研削加工により発生したき裂深さを求めるために酸化セリウム浴中（5wt%）で石英ガラスの一部を斜め研磨し，BHF溶液（ NH_4F と HF の混合溶液）でエッチングすることでき裂を顕在



(a) SEMによる観察



(b) 机上観察

図2 砥石作業面

表1 実験条件

	ツルーイング	ドレッシング	通常研削	クリープフィード研削
ホイール	SD1500-125B			
ツルア	GC2000-V	GC6000-B	—	—
ホイール速度 m/s	6.3	6.3	21	21
ツルア速度 m/s	4.7	2.8	—	—
送り速度 m/min	0.5	0.2	5	0.5
切込み量 μm/pass	2	1	2	20

化させた。非接触表面粗さ計により未研磨面からの深さを求め，き裂深さとした。

3 実験結果および考察

3.1 ドレッシングパス数の検討

ドレッシング過程における平均砥粒突き出し量 h と砥粒率の関係を図3に，ツルーイング後と20パスドレッシング後の砥石作業面状態の観察結果を図4に示す。図4中の+マークはモチーフ解析により得られた砥粒先端の位置を示している。図3および図4より，ツルーイング後は結合材が全体的に丘状に広がり砥粒は埋没しており，ドレッシングの進行とともに結合材が除去

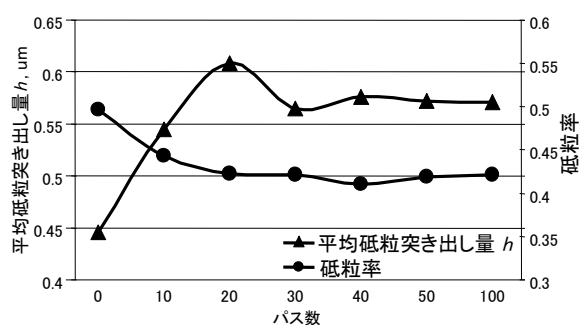
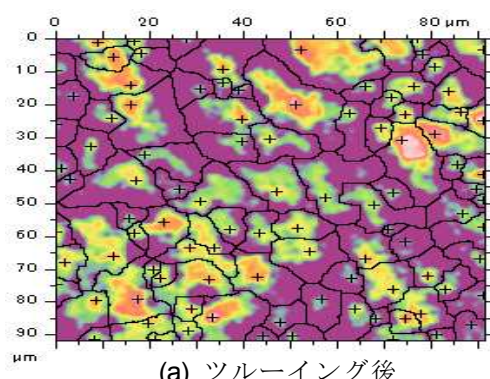
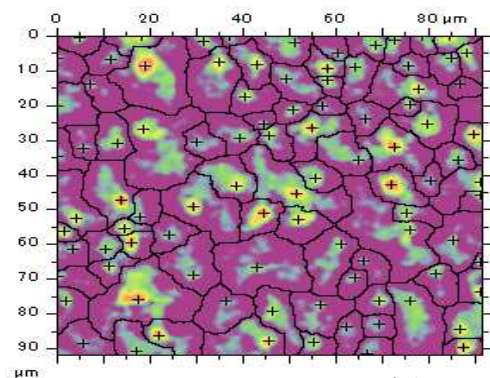


図3 平均砥粒突き出し量と砥粒率の変化



(a) ツルーイング後



(b) 20 パスドレッシング後

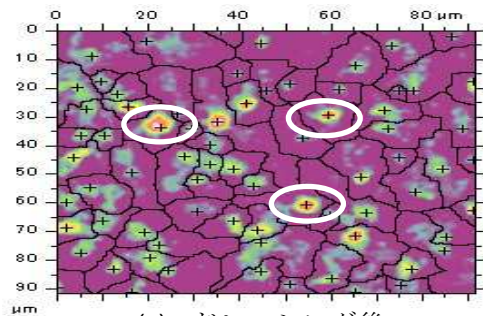
図4 ドレッシングによる作業面状態の変化

され、20パスからほぼ一定の状態になっていることがわかる。

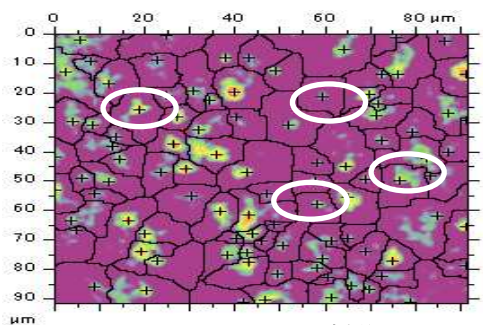
3.2 加工中の作業面状態の変化

図5、図6はそれぞれクリープフィード研削と通常研削過程での砥石作業面状態の観察結果である。砥粒の変化が顕著に見られる白丸部を辿ると、クリープフィード研削では摩滅摩耗が、通常研削では脱落が支配的に起きていることがわかる。フライスモデル¹⁾から求められる最大

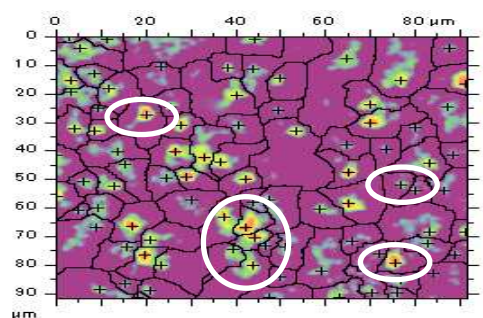
砥粒切込み深さ g_m と砥粒切削長さ l_c で考察するとクリープフィード研削の場合、 g_m は240nm、 l_c は2mmであり通常研削の場合、 g_m は759nm、 l_c は0.6mmである。 g_m が大きいと砥粒にかかる負荷が大きくなり脱落しやすくなり、 l_c が大きいと砥粒にかかる研削熱が大きくなり摩滅摩耗が起りやすくなることが知られており、これらが実験結果と合致していることが確認できた。



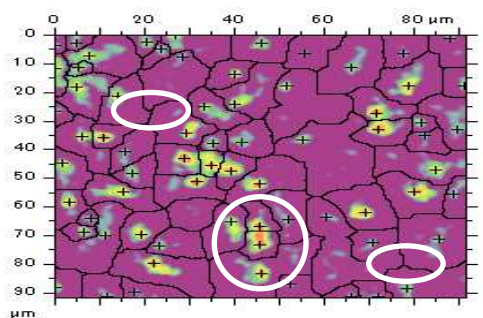
(a) ドレッシング後



(b) 10 パス研削後

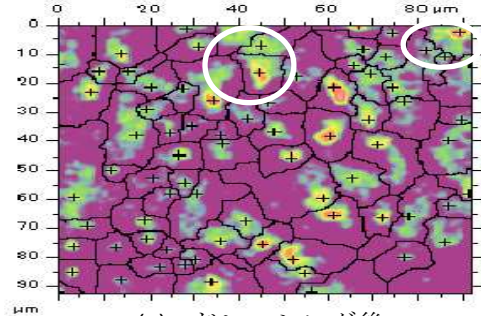


(c) 20 パス研削後

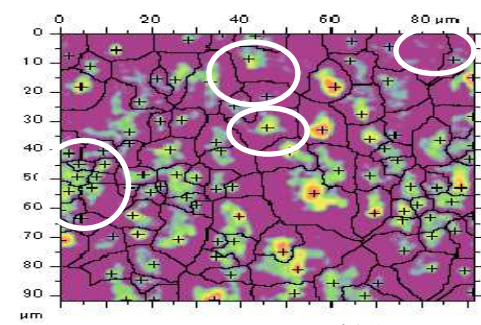


(d) 30 パス研削後

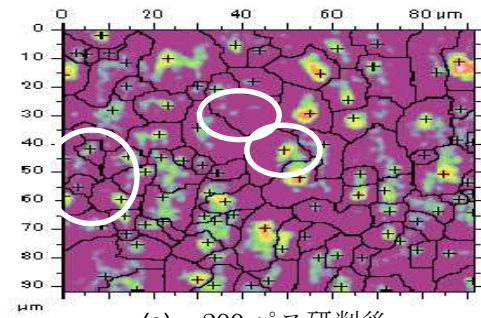
図5 クリープフィード研削時の作業面状態の変化



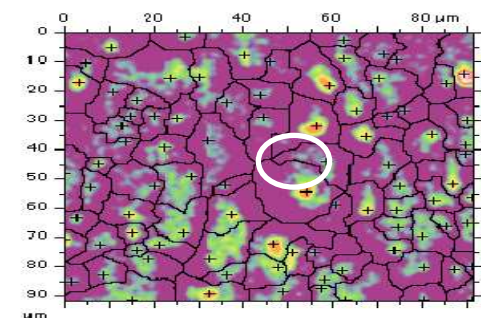
(a) ドレッシング後



(b) 100 パス研削後



(c) 200 パス研削後



(d) 300 パス研削後

図6 通常研削時の作業面状態の変化

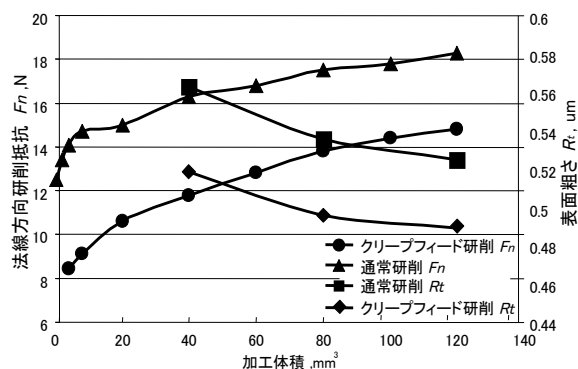


図7 研削抵抗と表面粗さの変化

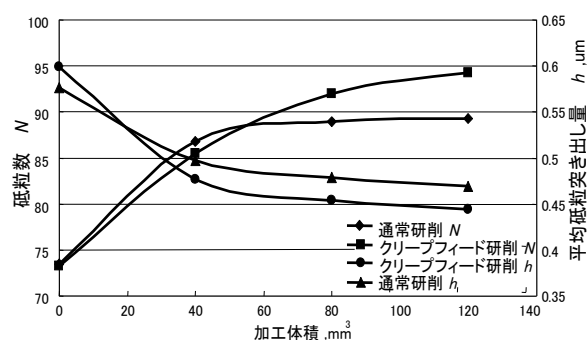


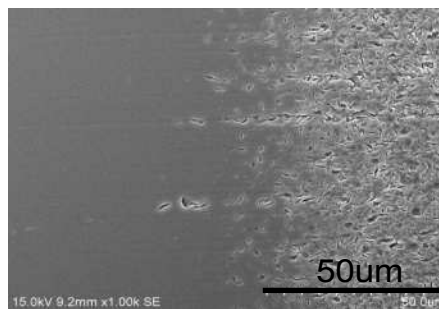
図8 砥粒数と平均砥粒突き出し量の変化

3.3 表面粗さの変化

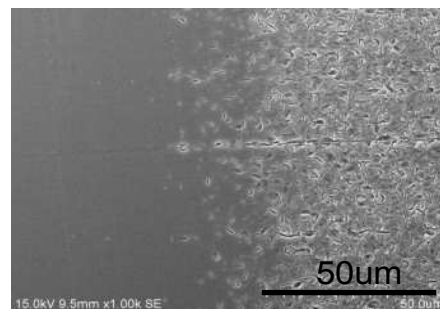
加工体積と法線方向研削抵抗 F_n 、表面粗さ R_t の関係を図7に、砥粒数 N 、平均砥粒突き出し量 h の関係を図8に示す。研削抵抗が上昇するにつれ表面粗さが小さくなっている。これは、平均砥粒突き出し量が小さくなっていることから、より突き出していた砥粒が結合材中に押し込まれ、砥粒切れ刃間隔が小さくなり作用する砥粒数が多くなったために表面粗さがよくなったと考えられる。単位時間当たり同じ除去能率の2つの加工法において、クリープフィード研削の方が良好な表面粗さが得られることがわかった。

3.4 き裂深さの検討

研削加工後の石英ガラスを斜め研磨し、エッチングした後のSEM写真を図9に示す。き裂深さを10箇所測定し平均値をとると、通常研削では $1.66\mu\text{m}$ 、クリープフィード研削では $1.25\mu\text{m}$ であった。最大砥粒切込み深さ g_m が小さく、表面粗さの良好なクリープフィード研削においてき裂深さが小さくなることが確認できた。



(a) 通常研削



(b) クリープフィード研削

図9 エッチング後の石英ガラス表面

4 結 言

極微粒ダイヤモンドホイール表面を非接触3次元表面性状測定機を用いて机上測定する機構を構築し、ドレッシングおよび石英ガラス研削過程における砥石作業面状態の変化を追跡した。その結果、クリープフィード研削においては同じ除去能率の通常研削と比較し、研削抵抗、表面粗さ、き裂深さともに小さくなることが明らかとなった。

文 献

- 1) 庄司克雄:研削加工学,養賢堂,2004,72頁.

進行波モードを用いた複合めっき用超音波振動板の形状設計

【NEDO 平成 20 年産業技術研究助成事業】

村岡潤一 鈴木庸久

Geometric Design of Flexural Traveling Wave Vibration Disk for Composite Electroplating

Jun-ichi MURAOKA Tsunehisa SUZUKI

1 緒 言

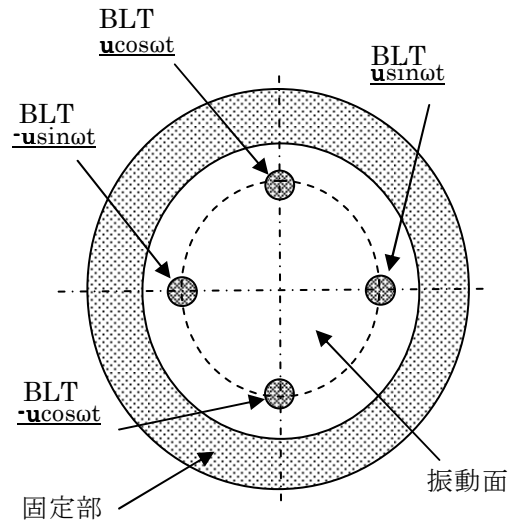
複合めっきにおいて、めっき浴中の微粒子の分散状態を保つことは、均一なめっき被膜を得るために重要である。特に、カーボンナノチューブなどの凝集性の強い微粒子は、通常のスターラー攪拌では十分な分散状態を得ることができない。筆者らはめっき浴あるいはめっき母材に超音波振動を加えることにより微粒子の分散状態を改善し、均一な複合めっきを形成することに成功している^{1),2)}。さらに、めっき形成面の大面積化を目指し、めっき母材を振動させるワーク振動方式を検討したが、定在波振動モードの節部において局所的に分散状態が悪化することが課題であった。

本報告では、ワーク振動方式における局所的な分散状態の悪化を改善するために、節が移動する進行波モード超音波振動板を提案し、形状設計を行った。有限要素法（以下、FEM）による固有周波数解析、周波数応答解析を行い、所定の周波数において進行波モードを励振できる振動板形状、適切な振動子の取り付け位置について検討を行った。

2 実験方法

2.1 振動モード

図 1 に、円周方向の屈曲進行波を励振できる円板形の振動板の概念図を示す。 $\phi 100\text{mm}$ （半径 50mm ）のめっき被膜形成を目的として、振動板の半径約 50mm までを有効な振動面とし、半径 57mm より外側を固定した。振動板裏面に、振動源として、共振周波数 28kHz 、 34kHz のボルト締めランジュバン型振動子（以下 BLT）を同一円周上に 90° 間隔で設置した。これらを 90° ずつ時間的位相をずらして加振すると、対面する 2 組の BLT によって、それぞれ



変位 $u=1\mu\text{m}$, 周波数 $\omega/2\pi = 20\text{kHz}$

図 1 振動板概念図

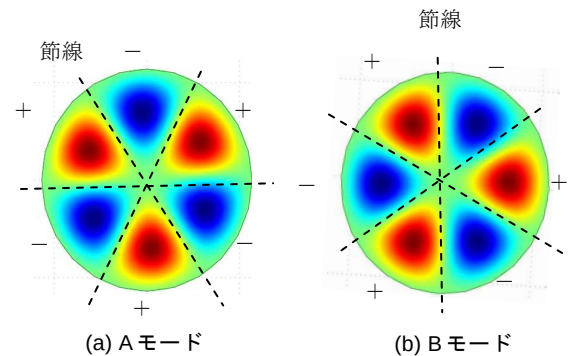


図 2 B03 屈曲振動モード

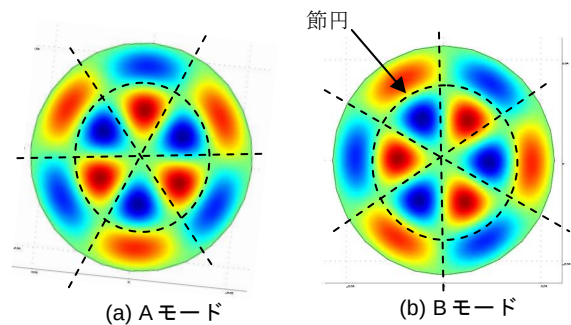


図 3 B13 屈曲振動モード

図 2(a), (b)に示す縮退した屈曲振動モード (A, B モード) が位相差 90° で励振され、進行波となる。進行波の励振に適しているのは、節線 3 本の B03 屈曲振動モード(図 2)および B13 屈曲振動モード(図 3)であり³⁾、これらの振動モードを励振できる振動板形状、板厚を設計する。

2.2 FEM 解析

振動板形状は、図 4 に示す 2 種類の形状を検

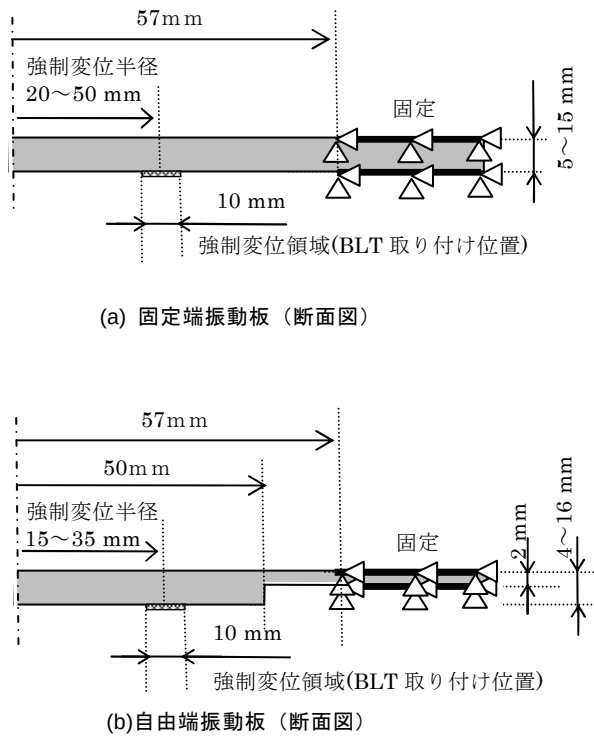


図 4 振動板形状

表 1 解析に用いた振動板の物性値

材質	SUS304
ヤング率	198 GPa
ポアソン比	0.29
密度	7860 kg/m ³

表 2 解析条件

	解析 1	解析 2	解析 3	解析 4
振動板形状	固定端		自由端	
板厚 (mm)	5~15	3.5, 10	4~16	4, 7
強制変位	—	1 μ m	—	1 μ m
周波数 (kHz)	20~55	28, 34	20~55	28, 34
強制変位半径 (mm)	—	15~55	—	20~55

討し、それぞれを固定端振動板、自由端振動板と呼ぶこととした。本解析の目的は、BLT 4 本を図 1 のように配置した振動板で進行波モードを励振できるか、そしてどのような形状が効率的であるかを解析するものであるため、めっき浴による負荷は考慮しない。なお、めっき浴による負荷は、振動モードの共振周波数を変化させる要因とはなるが、振動モードを大きく変化させることはない。FEM 解析は、汎用有限要素法ソフト COMSOL Multiphysics を用いて行った。表 1 に振動板の物性値を示す。

初めに、表 2 に示す解析 1, 3 の条件で、板厚および周波数に対する固有振動モードの変化を確認し、BLT の共振周波数 28 kHz および 34kHz の近傍で B03, B13 モードを励振できる板厚を求めた。

次に、BLT の取り付け位置を最適化するために、表 2 に示す解析 2, 4 の条件で周波数応答解析を行った。BLT の取り付け部を $\phi 10$ mm の強制変位領域とし、この領域の中心を振動板裏面の同一円周上に配置した。このときの同一円の半径を「強制変位半径」と呼ぶことにする。90°間隔で配置した 4 箇所の強制変位領域に、それぞれ時間的に 90°ずつ位相をずらして片振幅 1 μ m の変位を与え、強制変位半径を変化させたときの強制変位領域での反力、つまり、片振幅 1 μ m を与えるために必要な力を求めた。反力が小さくなる強制変位半径を最適な BLT の取り付け位置とした。

3 解析結果

3.1 固定端振動板

図 5 に、固定端振動板 (図 4(a)) における、板厚と固有振動数の関係を示す。B03 モードでは、板厚 10mm において固有振動数約 28kHz となった。B13 モードでは、板厚 3.5mm および 5mm において、それぞれ固有振動数約 28kHz, 34kHz となった。他のモードとの干渉を調べた結果、B03 モードは干渉がなかったが、B13 モードは B06 モードと解析範囲全域において干渉していることが分かった。

図 6(a)に、B03 モード、固定端振動板 (28kHz, 板厚 10mm) の条件における強制変位半径と反力の関係を実線で示す。固有振動数解析で求めた B03 モード固定端振動板の最大変位点を含

む半径方向の変位断面曲線（以下、変位曲線）を破線で示す。変位曲線は、最大変位量で除した相対変位量で示しており、変位 0 で振動の節、 ± 1 で振動の腹である。反力は、強制変位半径 40mm で最小となり、BLT の取り付け位置として最適であることが分かった。また、半径 40mm は変位曲線における振動の腹付近であり、半径における変位曲線の傾向が近いことが分かった。

図 6(b)に、B13 モード、固定端振動板(28kHz, 板厚 3.5mm) の条件における強制変位半径と反力の関係を実線で、B13 モードの変位曲線を破線で示す。実際のめっき浴を想定した場合、板厚 3.5mm では水負荷の影響で共振周波数が低くなるため、この周波数低下を考慮し 30kHz で解析した。B03 モードの場合と異なり、反力は明確な最小値を示さず、B13 モードの変位曲線の傾向とも異なった。振動モードの解析から、強制変位半径 25mm 以外の箇所では、振動モードが B13 以外に遷移しつつあり、そのために B13 の変位曲線と一致しなかったと考えられる。これらの結果から、強制変位半径 25mm が BLT の取り付け位置として適しており、それ以外は B13 モードを励起できず、適当でないことが分かった。

3.2 自由端振動板

固定端振動板と同様に、自由端振動板（図 4(b)）の解析を行い、最適な板厚、強制変位半径を求めた。図 7 に、自由端振動板における、板厚と固有振動数の関係を示す。B03 モードでは、固有振動数約 28kHz, 34kHz となる板厚は、解析範囲にはなかった。B13 モードでは、板厚 4mm および 7mm において、それぞれ固有振動数約 28kHz, 34kHz となった。他のモードとの干渉を調べた結果、固定端振動板と同様、B03 モードは干渉がなかったが、B13 モードは B06 モードと解析範囲全域において干渉していることが分かった。

図 8 に、B13 モード、自由端振動板(34kHz, 板厚 7mm) の条件における、強制変位半径の関係を、実線で、B13 モードの変位曲線を破線で示す。固定端振動板のときと同様に、強制変位半径 25mm 以外の箇所では、振動モードが B13

以外に遷移しつつあり、B13 モードの変位曲線とは一致しない。したがって、強制変位半径 25mm が BLT の取り付け位置として適している。

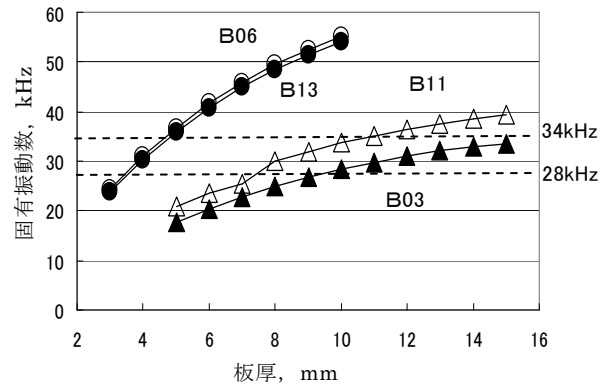
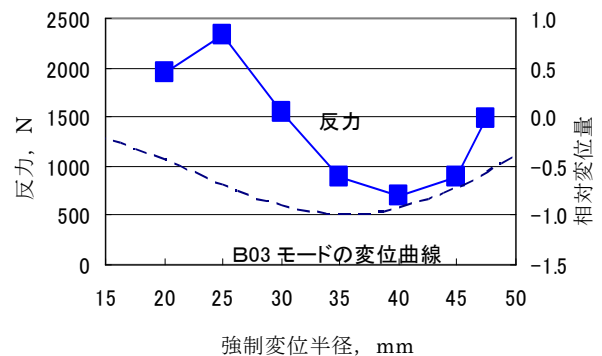
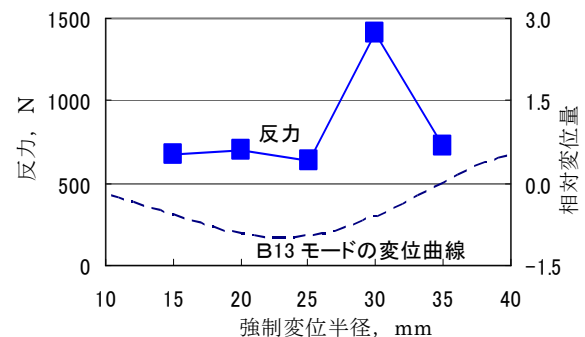


図 5 板厚と固有振動数の関係（固定端振動板）



(a) B03 モード, 28kHz, 板厚 10mm, 固定端振動板



(b) B13 モード, 28kHz, 板厚 3.5mm, 固定端振動板

図 6 強制変位半径と反力の関係、および対応する振動モードにおける変位曲線との比較

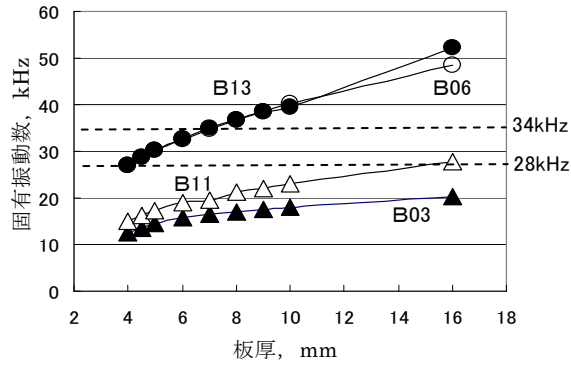


図7 板厚と固有振動数の関係（自由端振動板）

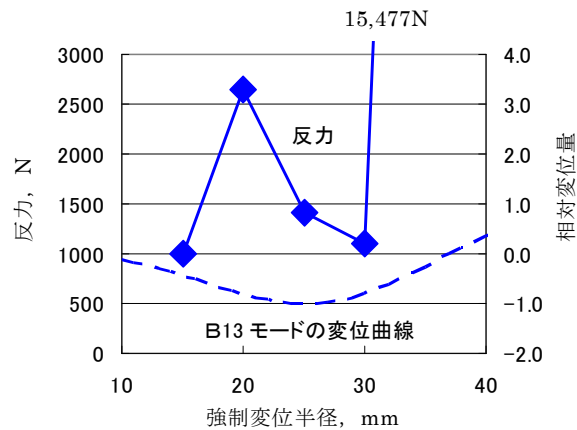


図8 強制変位半径と反力の関係、および
対応する振動モードにおける変位曲線との比較
(B13 モード, 34kHz, 板厚 7mm, 自由端振動板)

表3 各振動板形状、振動モード、周波数にお
ける最適板厚および強制変位半径

	条件1	条件2	条件3	条件4	条件5
振動板形状	固定端	固定端	固定端	自由端	自由端
振動モード	B03	B13	B13	B13	B13
周波数 (kHz)	28	28※	34	28	34
強制変位 半径(mm)	40	25	25	25	25
板厚(mm)	10	3.5	5	4	7

※水負荷による周波数の低下を考慮して、30kHzで解析した。

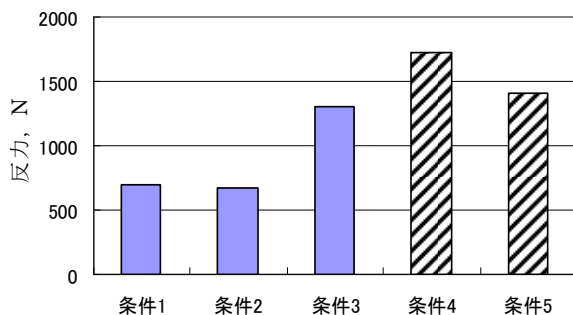


図9 各条件における反力

3.3 反力

表3に固定、自由端振動板における条件を、図9に、表3の各条件における反力を示す。自由端振動板（条件4、5）は固定端振動板（条件1～3）と比べ、反力が大きくなること、B13 モードは条件2を除いて反力が大きいことが分かった。これらの結果から、条件1（B03モード、28kHz、板厚10mm、固定端振動板）および、条件2（B13モード、28kHz、板厚3.5mm、固定端振動板）が、振動板として適していることが分かった。

4 結 言

4本のBLTで円周方向の屈曲進行波を励振する進行波モード超音波振動板の形状設計を行った。振動板の周辺部を固定し、めっき浴による負荷を考慮しない条件でFEM解析を行い、BLTの共振周波数において進行波モードを励振できる振動板形状、適切な振動子の取り付け位置の検討を行ったところ、以下のことが分かった。

- 1) B03 屈曲振動モードを励振できる板厚は、固定端、28kHzで10mmであった。
- 2) B13 屈曲振動モードを励振できる板厚は、固定端、28kHzで3.5mm、34kHzで5mmであった。また、自由端、28kHzで4mm、34kHzで7mmであった。
- 3) B03（28kHz、t10mm）、B13（28kHz、t3.5mm）の固定端振動板はB13（34kHz、t5mm）固定端振動板および自由端振動板と比較して反力が小さい。
- 4) B13 モードは、モードの干渉がおこりやいため、B03 モードが振動板として適している。

謝 辞

本研究の一部は、NEDO 平成20年産業技術研究助成事業として行われたものである。記して感謝する。

文 献

- 1) 鈴木庸久他：山形県工業技術センター報告、No.38 (2006) 1.
- 2) 鈴木庸久他：表面技術協会第121回講演大会講演論文集、2010、178頁.
- 3) 山吉康弘他：日本音響学会 2009 年秋季研究発表会講演論文集、1-Q-8、2009、1263-1266頁.

電磁駆動型2軸可動MEMSグレーティングと近赤外低コヒーレンス干渉法を用いた3次元形状計測

渡部善幸 高橋義行 阿部泰 岩松新之輔 矢作徹 小林誠也 今野俊介 佐藤敏幸

Electromagnetically Dual-axis Driven MEMS Grating, and its Application to 3D Profiling with Near Infrared Low Coherence Interferometry

Yoshiyuki WATANABE Yoshiyuki TAKAHASHI Yutaka ABE Shinnosuke IWAMATSU
Toru YAHAGI Seiya KOBAYASHI Shunsuke KONNO Toshiyuki SATO

Abstract We have investigated 3D profiling of the objects by low coherence optical interferometer using MEMS grating. This system, constructed with optical fibers and MEMS devices, is Fourier domain interferometer, which can discriminate distance to the object by wavelength analysis of the interference spectra. A MEMS mirror gives the object 2D optical scanning, and a MEMS grating makes spectroscopy of interference spectra. The MEMS grating can tilt to dual-axis with electromagnetic force induced by planer coils and a permanent magnet. One axis tilting works as near infrared spectroscopy, and another axis tilting works as optical axis alignment in an interferometer. Fabricated MEMS grating could tilt $\pm 3.5^\circ$ (mech.) / less than ± 10 mA in both direction at low frequency, which were equivalent to approximately 1400-1700 nm in wavelength. This interferometer, whose S/N was 50 dB and vertical standard deviation was $0.6 \mu\text{m}$, could scan full wavelength width (1400-1700 nm) in 25 ms. Finally, we could realize 3D profiling which was not only surface reflection profiling of $1 \mu\text{m}$ step, but also transparent profiling of IC process layer from backside of the wafer.

1 緒 言

生体の断層を非侵襲で画像化する OCT (Optical Coherence Tomography) 法が、眼球や皮膚の病巣観察などに用いられている。OCT 法は、波長帯域に幅のある低コヒーレンス光源 SLD (Super Luminescent Diode) や波長走査光源などを用い、対象物の形状などを基準面との光路差から計測するものであり、生体計測の場合、生体断層の屈折率変化の面を読み取り画像化する。光源波長は、眼球など水を多く含む組織観察では吸収の少ない 830 nm 帯が用いられ、その他の組織観察には $1.3 \mu\text{m}$ 帯、 $1.55 \mu\text{m}$ 帯の近赤外低コヒーレンス光源が用いられている。また、反射面を特定する干渉信号の解析法には、干渉強度を計測するタイムドメイン型、および干渉波長周期を計測するフーリエドメイン (FD) 型が用いられている^{1),2)}。

われわれは、OCT 法に加えて、対象物までの

距離や形状、厚さ計測への応用を目的に、MEMS (Micro Electro Mechanical Devices) デバイスで構成した小型光干渉計の構築を目指しており、これまで電磁駆動型2軸 MEMS ミラースキャナ^{3),4)} や分光素子である可動グレーティング⁵⁾ に関する開発を進めてきた。MEMS 型分光素子は、圧電や静電力で動作、分光するスキャニング型⁶⁾⁻⁸⁾ が報告されており、その他、面内回転による分光⁹⁾ やファブリペロー型¹⁰⁾ が報告されている。これらは数十～数百 V の印加電圧を要し、単軸動作、共振駆動のことが多い。本報告では、10V 以下の低電圧で2軸方向に低周波動作する MEMS グレーティングを用いてフーリエドメイン型光ファイバ干渉計を作製し、近赤外低コヒーレンス光干渉法により、 $1 \mu\text{m}$ 標準段差の計測と、集積回路裏面からプロセス面の透過計測を試みたので報告する。

2 低コヒーレンス光干渉法の原理

ファイバ干渉計の構成を Fig.1 に示す。近赤外低コヒーレンス光源に中心波長 1550nm, 半値幅 100nm の SLD を用い, 3dB 光カプラで光束を基準長となる参照光路と対物光路に分岐する。対物光路に進んだ光 (対物光) は電磁駆動型 2 軸 MEMS ミラー (スキャナ) により測定対象物上に 2 軸光走査され, 対象物の各点の反射光と参照ミラーからの反射光が再び 3dB 光カプラで結合されて, 光路差に応じて光干渉する。干渉光はファイバを進み MEMS グレーティングに入射する。MEMS グレーティング (MEMS-GR) は電磁力で動的に角度が変えられ, 波長毎に回折される。回折光は単一の光センサ (P.D.: Photo Detector) で受光され, フーリエ解析により対象物までの距離が特定できる構成である。

3 近赤外分光用 MEMS グレーティング

3.1 MEMS-GR の構造と作製プロセス

MEMS-GRの構造をFig.2に示す。デバイスは, グレーティング (GR) やジンバル構造のXおよびY走査梁などを形成したシリコン層 (□10mm×200μm厚), シリコン層固定用ザグリを設けたプリント基板 (PCB, □15mm×1mm厚), 垂直着磁した磁石 (□6mm×5mm厚) と

そのホルダ (□15mm×5mm厚) から構成され, 全体では□15mm×6mm厚のモジュールになっている。シリコン層の中央部のYフレームにはAuコートしたGRと±Y走査コイルが形成され, Y走査梁で外側のXフレームに支持されている。Xフレームには±X走査コイルが形成され, X走査梁で最外周の固定フレームに支持されている。±X走査コイルへの通電による光軸調整用のX軸方向への傾斜と, ±Y走査コイルへの通電による回折分光用のY軸方向への傾斜が可能で, 目的により静的および動的に動作できる。また, Fig.1の2軸光走査用MEMSミラーは, 中央部が全反射ミラーとなっており, その他はMEMS-

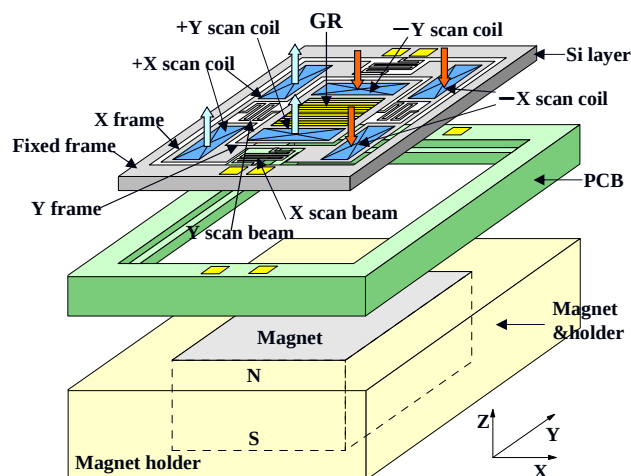


Fig.2 3D structure of MEMS-GR

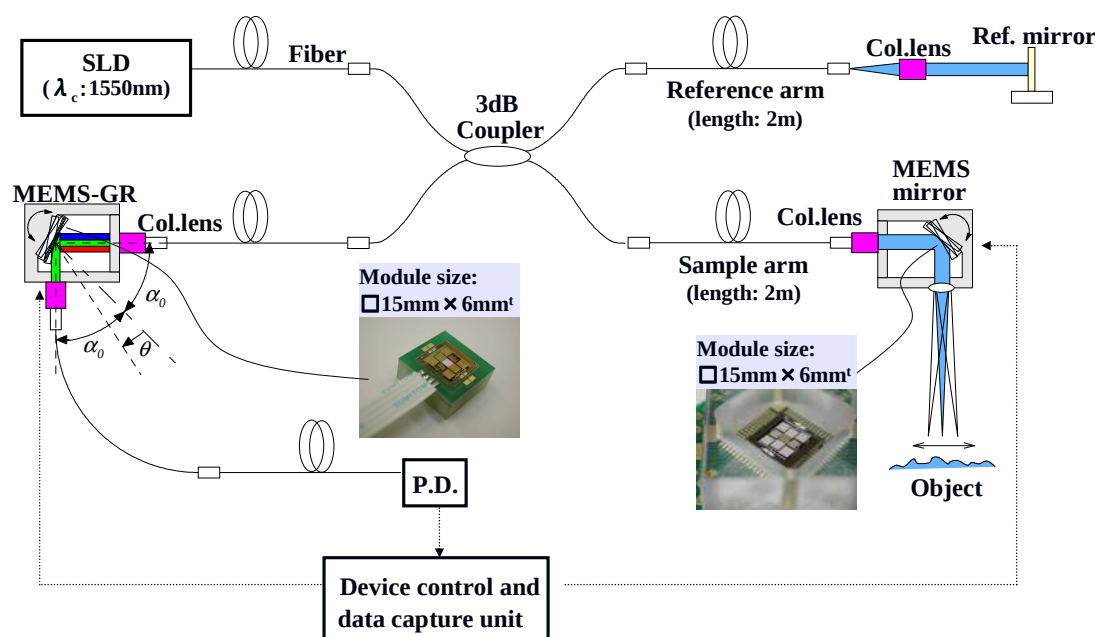


Fig. 1 FD low coherence optical interferometer with MEMS-GR

GRと同様の構造とした。

MEMS-GRの作製プロセスをFig.3に示す。

- (a) UV レジスト (東京応化, OMR85-35cp のキシレン 25wt.%希釈液) の電子線リソグラフィによりピッチ $2\mu\text{m}$ の GR パタンを形成し, これをマスクとして Si のドライエッチングにより GR を形成する。
- (b) TMAH を用いて Si の裏面を結晶異方性エッチングする。表面側には 1 層目の Au/Cr コイル ($40\mu\text{m}$ 幅, $1\mu\text{m}$ 厚) を形成後, 2 層目コイルとの絶縁のためポリイミド (東レ, PW-1200) を形成する。
- (c) 2 層目の Au/Cr コイル ($40\mu\text{m}$ 幅, $1\mu\text{m}$ 厚) を形成後, GR 表面に Au (100nm 厚) /Cr(50nm 厚) をリフトオフ形成する。
- (d) フォトリジストをマスクとして Si のドライエッチングを行い, GR, 梁を可動状態にする。
- (e) ブレードダイシングによるチップ分割後, 作製したデバイスをプリント基板に固定, ワイヤボンディングを行う。最後に NdFeB 磁石 ($6\text{mm}\times 5\text{mm}$ 厚) とホルダを固定し, 磁石-コイル間ギャップを $500\mu\text{m}$ とする。

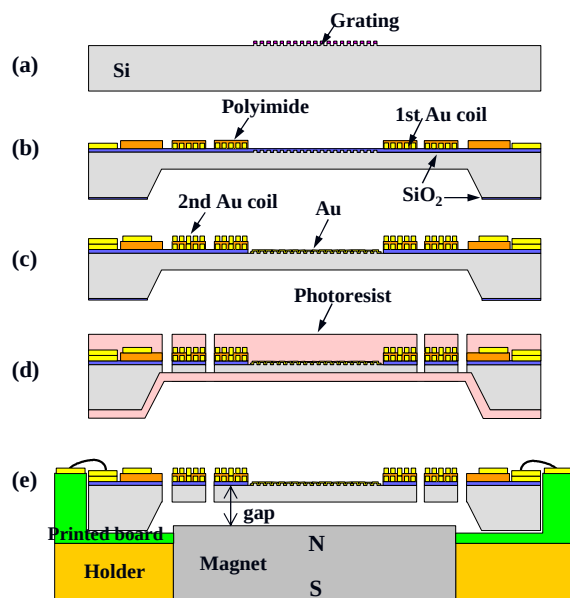


Fig.3 Fabrication processes of MEMS-GR

作製した MEMS-GR の写真を Fig.4 に示す。中央部の $1.8\times 1.8\text{mm}^2$ の領域に X 軸と平行なピッチ $2.0\mu\text{m}$, 深さ $0.5\mu\text{m}$ のラミナー型 GR を形成し, 周辺部には 2 層平面コイルが形成され

ている。各コイルへの通電によりデバイス下部に配置した磁石 ($6\text{mm}\times 5\text{mm}$ 厚) との電磁力により 2 軸傾斜が可能で, Y コイルへの通電で分光の主軸となる Y 方向に傾斜し, X コイルへの通電で光軸調整用の X 方向への傾斜が可能である。

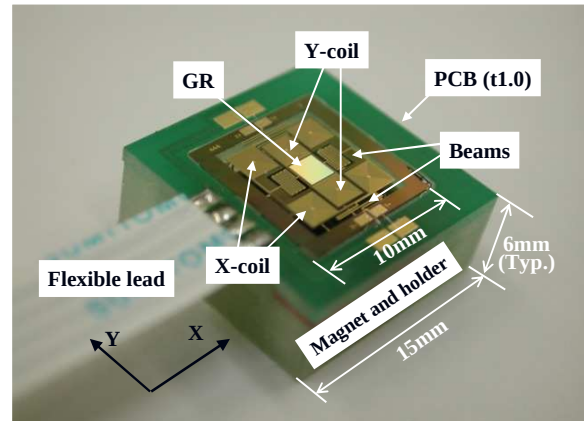


Fig.4 Developed MEMS-GR

3.2 動作原理および特性

これらの動作は永久磁石の磁界中でコイルに働く電磁力により実現できるものであり, その発生力の垂直成分 $F(z)$ は磁気ポテンシャルエネルギー $U(z)$ の空間勾配として以下の式で表現できることが報告されている 4), 11), 12)。

$$U(z) = -\frac{1}{2} \{ m_m [H_m(-t/2) + H_c(z+t/2)] + m_c [H_m(z) + H_c(0)] \} \quad (1)$$

$$F(z) = \frac{\partial U(z)}{\partial z} = -\frac{1}{2} \left\{ m_m \frac{\partial}{\partial z} H_c(z+t/2) + m_c \frac{\partial}{\partial z} H_m(z) \right\} \quad (2)$$

ただし,

z : 磁石表面からコイルまでのギャップ

m_m : 磁石の磁気モーメント

m_c : コイルの磁気モーメント

H_m : 磁石が作る磁界の強さ

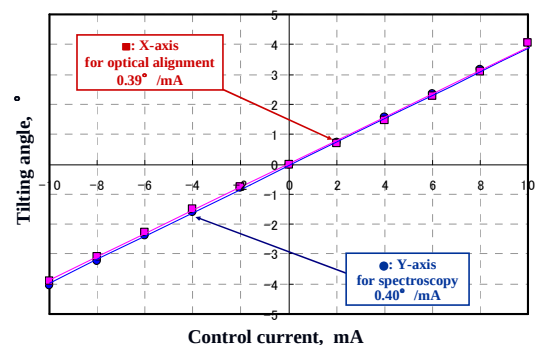
H_c : コイルが作る磁界の強さ

t : 磁石の厚さ

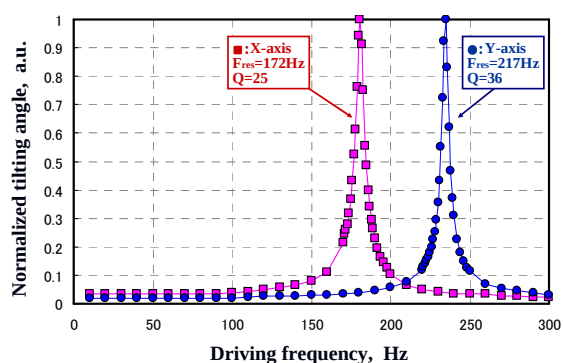
この電磁力は、用いる磁石の特性、形状、サイズおよび磁石とコイル間ギャップに依存することが報告されているが⁴⁾、本報告では駆動電流に対して線形で大きな傾斜角が得られる $6\text{mm}\times5\text{mm}$ 厚の直方体NdFeB系磁石を用いることとし、磁石-コイル間ギャップを $500\mu\text{m}$ とした。各コイルへのDC10mA通電により傾斜している様子をFig.5に示す。傾斜特性の評価結果、静的傾斜角度は制御電流に比例し、X軸が $0.39^\circ/\text{mA}$ 、Y軸が $0.40^\circ/\text{mA}$ であった (Fig.6 (a))。また、動的傾斜特性はX軸が共振周波数172Hz、振動の尖鋭度を示すQ値 (Quality factor) 25で、Y軸 (分光主軸) が共振周波数217Hz、Q値36であった (Fig.6 (b))。以上の結果、制御電流 $\pm 10\text{mA}$ 以下でDCから共振周波数付近まで $\pm 4.0^\circ$ の傾斜を実現できることがわかった。

3.3 MEMS-GR による分光

Fig.1のファイバ干渉計に用いるSLD光源の中心波長は 1550nm であり、その波長拡がり $1400\text{--}1700\text{nm}$ 程度である。この全帯域の干渉光を分光するには、MEMS-GRは(3)式の傾斜角度を実現しなければならない。



(a) Static tilting angle vs. control current



(b) Frequency response of tilting angle

Fig.6 Static and frequency response of MEMS-GR

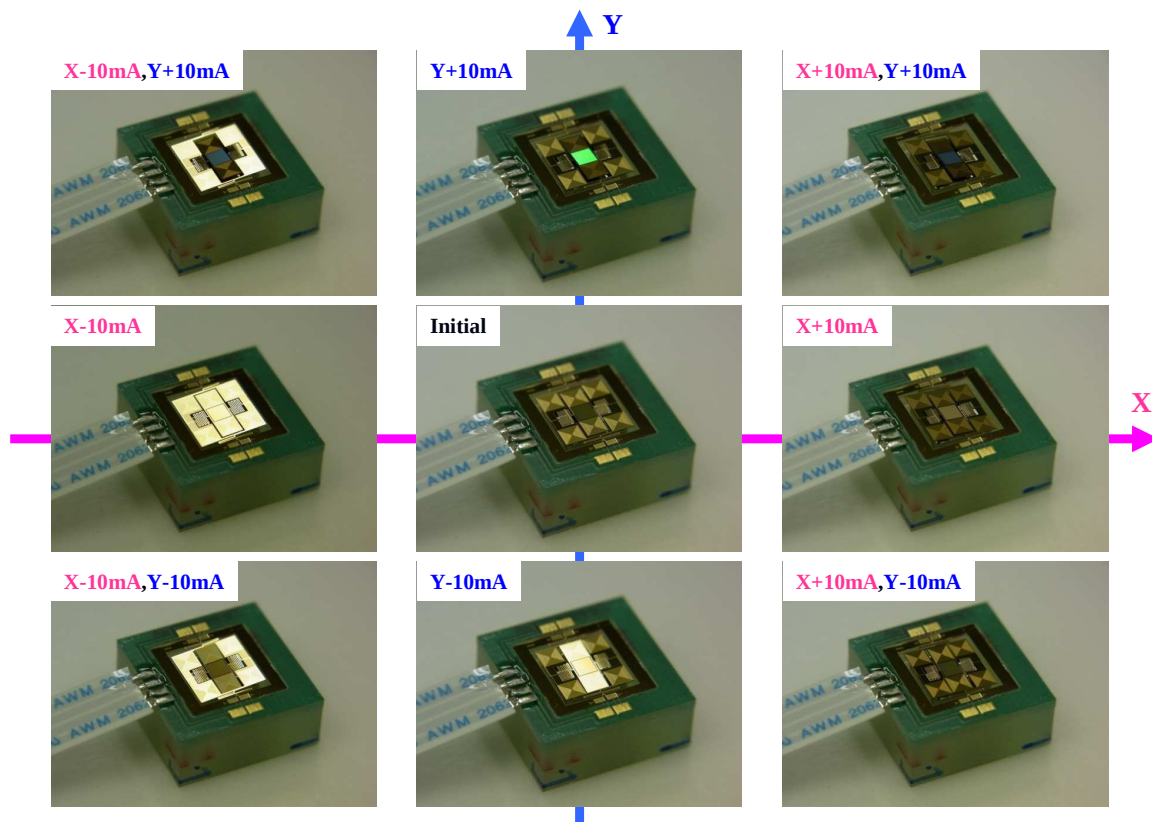


Fig. 5 Static tilting aspects of MEMS-GR

$$\theta = \sin^{-1}\left(\frac{m\lambda}{2P \cos\alpha_0}\right) \dots\dots\dots (3)$$

ただし

$2\alpha_0$: ファイバ, MEMS-GR, ファイバ配置の偏角

θ : α_0 を基準としたときの MEMS-GR の傾斜角度

m : 回折次数 ($0, \pm 1, \pm 2, \dots$)

λ : SLD 光源波長

P : MEMS-GR デバイス上の回折格子のピッチ

Fig.1 の光干渉計において、光強度の高い $m = -1$ 次光を分光することとし、基礎回折特性評価から高波長分解能、低ノイズの回折が可能な偏角 $2\alpha_0 = 90^\circ$, GR ピッチ $2\mu\text{m}$ と設定した。(3)式をもとに波長 1400-1700nm の全帯域の分光を行うために必要な MEMS-GR の角度を計算すると、 -37° から -30° と算出される。すなわち、MEMS-GR は -33.5° を中心に $\pm 3.5^\circ$ (mech.) 傾斜する必要がある、このためには Fig.6 の特性から $\pm 8.75\text{mA}$ の通電で全帯域の分光が可能であることがわかった。

次に、全反射ミラーを対象物とし、参照光路と対物光路の光路差 ΔL による干渉光を MEMS-GR で分光した。計測は、はじめに MEMS-GR による回折光の強度が高くなるよう X 軸方向に静的に傾斜させた後に、Y 軸方向に動的にスキャンングすることで分光を行った。

ΔL を $90\mu\text{m}$, $180\mu\text{m}$ としたときの計測波形を Fig.7 に示す。

縦軸は強度、横軸は本システムで取得したデータ数 1024data で MEMS-GR の傾斜角 $\pm 3.5^\circ$ (波長 1400-1700nm) に対応し、1 周期 25ms で計測している。このように光路差に応じて干渉する波長周期が変わるが、これをフーリエ変換することにより対象物までの距離が特定でき

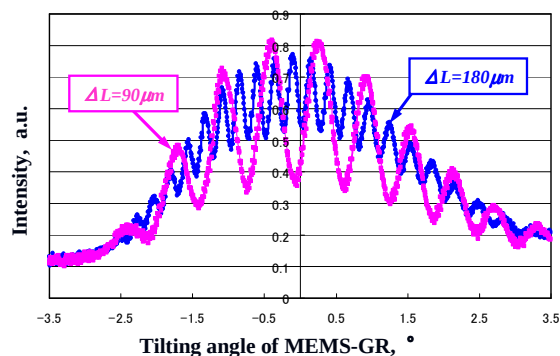


Fig.7 Interference spectra acquired by MEMS-GR

る。この場合、測定深さ Z と深さ分解能 δZ はそれぞれ(4), (5)式で表すことができる。

$$Z = \frac{\lambda_0^2 N_d}{4w_\lambda} \dots\dots\dots (4)$$

$$\delta Z = \frac{2Z}{N_d} = \frac{\lambda_0^2}{2w_\lambda} \dots\dots\dots (5)$$

ただし

λ_0 : SLD 中心波長 1550nm

N_d : 本システムにおける取得データ数 1024

w_λ : データ取得した波長帯域 200nm

これらより、本システムにおける測定深さを 3mm, 深さ分解能は $6\mu\text{m}$ と設定した。

4 低コヒーレンス光干渉法の 3 次元形状計測への応用

4.1 段差表面の反射計測

表面反射光により試料の 3 次元形状計測を試みた。測定試料として、呼び段差 $1\mu\text{m}$ の段差マスタ (Mitutoyo corp. 製, メーカー実測値 $1.08\mu\text{m}$) を用いた。はじめに、MEMS ミラーによる光走査を行わずに 1 点に対物光を照射し、干渉光を MEMS-GR で回折分光後、フーリエ変換により測定深さを求めることでデータ安定性を評価した。MEMS-GR により一定の測定深さを 512 回計測した結果を Fig.8 に示す。フーリエ変換データのピーク最大値から深さを検出する方法 (Peak detection) では式(4),(5)で算出される本システムの理論的深さ分解能 δZ は $6\mu\text{m}$ の離散の数値を示し、標準偏差は $3\mu\text{m}$ であった。一方、フーリエ変換後のピークはガウス関数になる

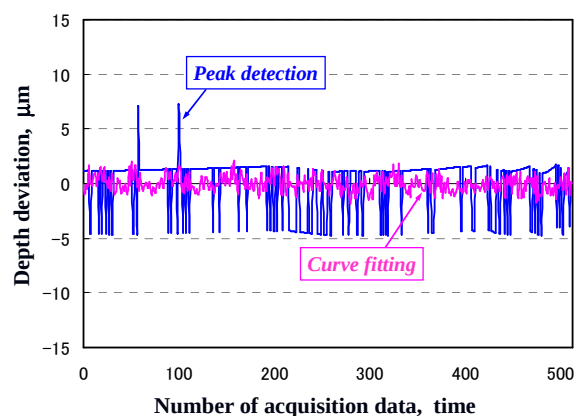


Fig.8 Depth deviation of a fixed point

ため、最小二乗法によりガウス関数をカーブフィッティングした推定計測により、測定深さの安定性が改善され標準偏差は $0.6\mu\text{m}$ であった。測定の積算による平均化やスパイク除去によりさらに高分解能の計測が可能と思われる。

次に MEMS ミラーにより段差部付近を光走査し、参照光路との干渉光を MEMS-GR で回折分光、フーリエ変換した 3D 像を Fig.9 に示す。2 次元光走査エリアは $3.5\times 3.5\text{mm}^2$ で、 256×256 pixel とした。深さ方向 3mm (512pixel) の分光時間は 25ms (周期 50ms) であり、1 画面 ($256\times 256\times 512$ voxel) の計測時間は 55min であった。画面左が低い部分、中央部に段差部、画面右が $1\mu\text{m}$ 高い部分である。段差部境界が湾曲しているのは MEMS ミラーによる 2 軸光走査の軸間クロストークが原因であり、2 次元形状計測としては今後補正を行う必要がある。また縦方向すなわち深さ分解能は前節の計算の通り $6\mu\text{m}$ が理論限界であるため、 $1\mu\text{m}$ 段差は計測できない構成であるが、干渉波形のカーブフィッティングにより計測したところ、高低差の平均値は $0.98\mu\text{m}$ であった。

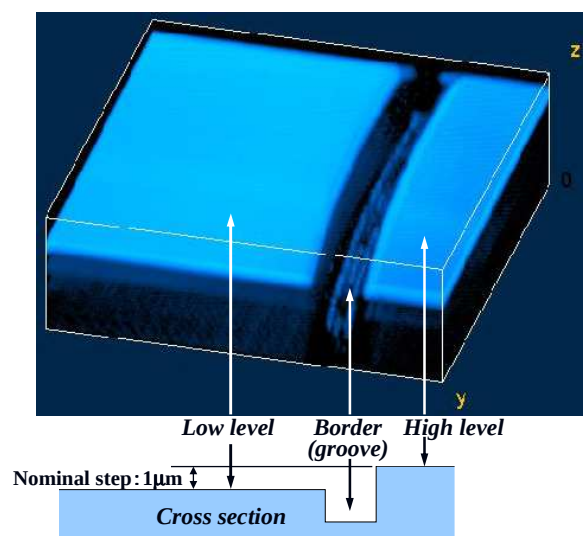


Fig.9 3D profiling of $1\mu\text{m}$ step (area: $3.5\times 3.5\text{mm}^2$).

4.2 IC プロセス面の透過計測

シリコンウェハ表面に形成された IC プロセス面について、対象物裏面 (ウェハ裏面) から透過像を計測した。MEMS ミラーによりウェハ裏面から $(X,Y) = (3.5\text{mm}, 3.5\text{mm})$ のエリアを光走査して画像化した。計測時間は前節の通り 55min である。計測画像を Fig.10 に示す。

プロセス面を構成する不純物ドーパ層や絶縁膜、誘電体層などの屈折率は組成などにより変わるためこれらの層がイメージングできているか明確ではないが、低不純物ドーパのシリコン基板は近赤外線透過率が高く、表層近くに形成されてある数十 μm の素子形状が明瞭に観察されていることがわかる。以上検討してきた 3 次元形状計測法を用いれば、積層型 IC や MEMS など Si 系デバイスの非破壊透過形状計測、バックグラインド時のウェハ厚モニタ、シリコンエッチングの 3 次元深さモニタなど新たな形状計測への展開が期待できる。

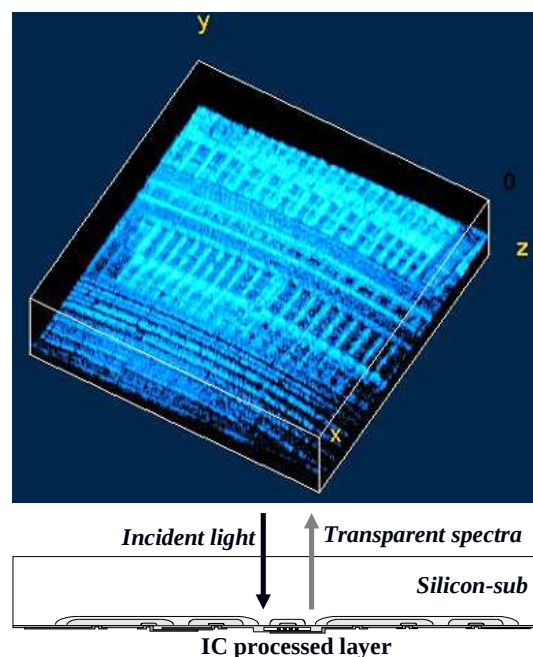


Fig. 10 3D profiling of IC process layer from backside of the wafer (area: $3.5\times 3.5\text{mm}^2$)

5 結 言

本研究では、電磁駆動型 2 軸可動 MEMS グレーティングと光 MEMS ミラー (スキャナ) を用いてファイバ型光干渉計を構成し、近赤外低コヒーレンス干渉法を用いて 3 次元形状計測を行った。結果は以下の通りである。

- (1) 電磁駆動型 2 軸可動 MEMS グレーティングを作製した。機械的傾斜角は $0.4^\circ/\text{mA}$ と 2 軸ほぼ同一であり、通電電流 $\pm 10\text{mA}$ 以下 (電圧 $\pm 10\text{V}$ 以下) で、干渉計に用いた SLD 光源および干渉光の全波長帯域 $1400\text{-}1700\text{nm}$ を分光できることを示した。
- (2) MEMS グレーティングによる分光とフーリエドメイン法を用いて定点深さの測定デー

タ安定性を評価した。ピーク検出法では標準偏差が $3\mu\text{m}$ であったが、最小二乗法によりガウス関数をカーブフィッティングした推定計測を行ったところ標準偏差は $0.6\mu\text{m}$ であった。

- (3) $1\mu\text{m}$ の段差を有する試料の表面反射による3次元形状計測を試みた。標準偏差は $0.6\mu\text{m}$ であるが、段差間の平均値比較により、高低差 $0.98\mu\text{m}$ が計測できた。
- (4) IC プロセス面をウェハ裏面から透過して3次元形状計測を行った。取得イメージの正確な議論は、プロセス面を構成する各素子の光学特性の明確化が課題であるが、表層近くに形成されてある素子形状が明瞭に観察できた。この透過計測法により、積層型 IC や MEMS など Si 系デバイスの非破壊形状計測、ウェハおよびダイアフラム厚さのモニタなど新たな用途への応用可能性を示すことができた。

Microsystems, Lyon, France, June 10-14, 2007, pp.1087-1090.

- 8) E. Geerlings, M. Rattunde, J. Schmitz, G. Kaufel, J. Wagner, D. Kallweit, H. Zappe: Optical MEMS 2006, 2006, p15.
- 9) G. Zhou, Y. Du, Q. Zhang, H. Feng and F. S. Chau: J. Micromech. Microeng., 18, (2008) 085013.
- 10) T. Enomoto, M. Suzuki, T. Iwaki, H. Wado, Y. Takeuchi: IEEEJ Trans. SM, 131 (7) (2011) 264.
- 11) 鈴木宏明, 島宏樹, 笠木伸英, 鈴木雄二, 下山勲, 三浦宏文: 日本機械学会第 75 期通常総会講演会 No.98-1(Ⅲ), 1998,259-260 頁.
- 12) H. Suzuki, N. Kasagi and Y. Suzuki: 11th Symposium on Electromagnetics and Dynamics, 1999, pp.287-290.

文 献

- 1) M. Haruna, M. Ohmi: J. Soc. Instrument and Control Engineers, 45 (11) (2006) 915.
- 2) Y. Hongbin, Z. Guangya, C. F. Siong, L. Feiwen, W. Shouhua, Z. Mingsheng: J. Micromech. Microeng., 18 (2006) 055016.
- 3) Y. Watanabe, Y. Abe, S. Iwamatsu, T. Mitsui, Y. Takahashi, T. Sato: IEEEJ Trans. SM, 128 (3) (2008) 107.
- 4) Y. Watanabe, Y. Abe, S. Iwamatsu, S. Kobayashi, Y. Takahashi, T. Sato: IEEEJ Trans. SM, 130 (4) (2010) 107.
- 5) Y. Watanabe, Y. Takahashi, Y. Abe, S. Iwamatsu, T. Yahagi, S. Kobayashi, S. Konno, T. Sato: IEEEJ Trans. SM, 131(3) (2011) 111.
- 6) J. F. Lo, S. J. Chen, H. Yu, D. Chi, C. Y. Lee, L. Marcu, E. S. Kim, M. Gundersen: The 14th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, Lyon, France, June 10-14, 2007, pp. 2421-2424.
- 7) S. C. Truxal, Y. C. Tung, K. Kurabayashi: The 14th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and

プラスチックペレット形状計測システムの開発

【山形県ものづくり企業技術開発支援共同研究事業】

今野俊介 高橋義行 佐藤敏幸 小田あゆみ* 佐藤忍*

Development of Plastic Pellet Form Measurement System

Shunsuke KONNO Yoshiyuki TAKAHASHI Toshiyuki SATO
Ayumi ODA* Shinobu SATO*

1 緒 言

プラスチック成形品の品質管理において、素材となるプラスチックペレット（以下、ペレットと記載）の品質の確保は重要な課題である。このため、ペレットメーカーの出荷検査や成形メーカーの受け入れ検査では品質管理のために様々な検査が行われている。中でも重要なものが、ペレット形状の検査と炭化物などの異物検査である。

微細プラスチック成形加工においては、形状の揃った高品質なペレットが求められる。そのため、ペレットの製造工程では、その寸法をノギスによって計測し、ばらつきを検査している。また、製造工程において、樹脂の成形機内滞留物の熱変化による炭化不具合が生じて黒い微細粒状異物（以下、黒点と略）が付着してしまうことがある。黒点の大きさによってペレットの品質や製造装置のメンテナンス時期を判断するため、黒点の大きさを目視でランク分けしている。しかしながら、従来の検査は人手による検査であるため、検査時間がとても長く、検査結果も検査員によってばらつくために正確性に欠いていた。

当所では、これまでに、玄米の等級検査を支援することを目的としたイメージスキャナ（以下、スキャナと記載）を用いた穀粒品質検査システム¹⁾を開発した。このシステムは、スキャナとパーソナルコンピュータ（以下、PCと記載）で構成された装置であり、カメラや専用ハードウェアを用いたシステムよりも安価で改変が柔軟である。本システムにより、スキャナ上に玄米を並べてPCに画像を取り込み、開発

した画像処理ソフトウェアによって玄米の寸法や色合いなどを計測できる。そこで、このシステムをペレット検査に応用することで検査時間の短縮及び検査精度の向上を図った。

2 計測システム構成

システム構成を図1に示す。本システムは、画像処理、スキャナ制御及び履歴データの管理を行う。ペレットは円柱状の形状をしているため、被写界深度の深いCCDセンサを搭載したスキャナ（EPSON社製GT-S630）を使用し、ノートPC（CPU:Intel Core i5,Memory:DDR-SDRAM 2GB,OS:Windows 7 Professional）で画像処理による検査を行った。ハードウェアはいずれも汎用品であり、低コストで実現できる上にIT機器の性能向上を速やかにシステムに反映できるという利点がある。なお、開発環境はMicrosoft Visual Studio 2008である。

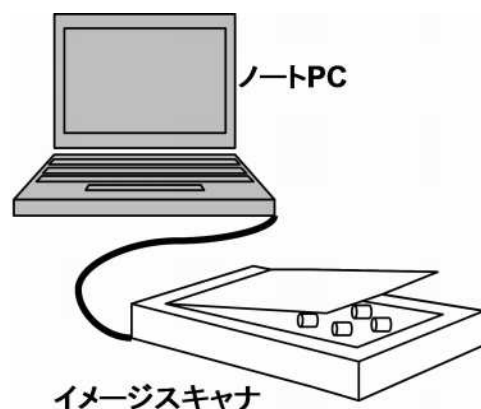


図1 システム構成

*テクマン工業株式会社

3 ペレット画像の取得

3.1 着色ペレット

玄米検査とは異なるペレット検査特有の項目の一つ目として、検査対象とするペレットには、様々な色のものが存在することがあげられる。今回のシステムで検査対象としたペレットの色は、白、ベージュ、黒の3種類であった。そこで、従来システムのように黒の背景板を用いて明るさの違いによってペレットを識別することは困難である。今回の計測対象のペレットにベージュが含まれていることから、黄色の補色である青色の背景板を用いることで、色の違いを利用してペレットの識別を行うこととした。

3.2 計測精度

ペレット検査特有の項目の二つ目としては、計測精度の確保である。玄米の検査は検査員の目視による判断であったが、ペレットの検査は数百粒のペレットをノギスで手計測している。このため、ノギス同等の計測精度である約0.1mmを確保する必要がある。そこで、スキャナの解像度を従来よりも高解像度にして画像を撮影するように設定した。図2に従来システムの解像度（150dpi）による撮影画像と高解像度（300dpi）での撮影画像を示す。

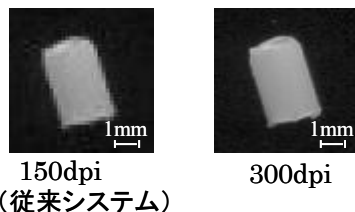


図2 スキャナによる撮影画像

4 画像処理アルゴリズム

4.1 寸法計測

検査対象とする一般的なペレットは円柱状であり、スキャナで撮影すると図3のような画像が得られる。この画像から、長さ（以下、Lと記載）と断面の直径（以下、Rと記載）を測定する。この画像に対して背景とペレットの色の違いを利用した2値化処理でペレットの画素を判別し、ラベリング処理によりペレットを構成する画素群を抽出する。その後、式(1)によって算出した慣性主軸によりLを、慣性主軸と直交しベ

レットの重心を通る直線からRを求めた。

さらに、一つ一つのペレットを構成する画素群をカウントすることにより、投影面積を算出した。

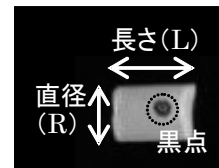


図3 検査対象ペレット

$$\theta = \frac{1}{2} \tan^{-1} \left(\frac{2 \sum_i \sum_j i \cdot j \cdot f(i, j)}{\sum_i \sum_j i^2 \cdot f(i, j) - \sum_j \sum_i j^2 \cdot f(i, j)} \right) \quad (1)$$

θ : 慣性主軸 i : 画素水平位置
 j : 画素垂直位置 $f(i, j)$: 画素値

4.2 黒点検出

黒点検出アルゴリズムの流れを図4に示す。スキャン画像から輝度が低い画素を検出すると、図4の暗部検出画像に示すように黒点以外にペレット輪郭部の影になっている部分も一緒に検出されてしまう。そこで、寸法計測で得られたLを長辺、Rを短辺とした四角形でペレットを近似し、その内側の影を含まない部分の低輝度の画素のみを抽出することで黒点の検出を行った。最後に抽出された画素をカウントすることで面積を求め、きょう雑物測定図表（JIS P8208）に基づいてランク分けを行った。なお、きょう雑物測定図表は、面積を基準にして異物を判定するものであり、従来はこの図表と実際の異物を目視で比較してランク付けを行っていた。

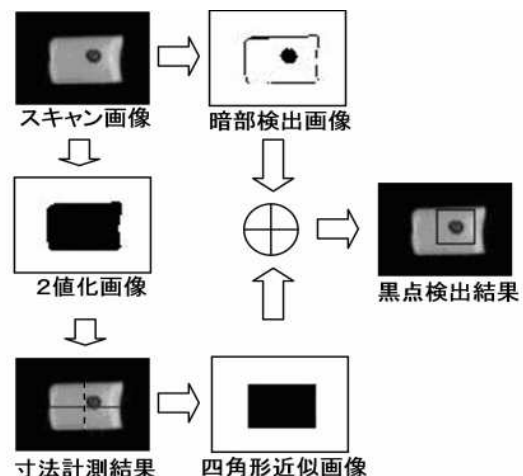


図4 黒点検出アルゴリズム

4.3 評価結果

寸法計測システムの評価のために、従来のノギスによる手計測との比較を行った。色が異なる3種類のペレットからそれぞれ10個のサンプルを抜き取り、手計測と本システムによる計測（PC計測）でLとRを測定した。表1にそれぞれの平均と標準偏差を示す。黒いペレットのR測定でPC計測と手計測との差が最大であったが、その差は0.1mm以下ということで手計測と同等の測定精度が得られていることを確認した。黒点の検出については、新たに面積の計測が可能となり、これまで目視で行っていた黒点の大きさを定量的に検査できるようになった。

さらに、ペレット自体の側面積も算出できたことから、より正確なばらつきの把握に寄与できると思われる。

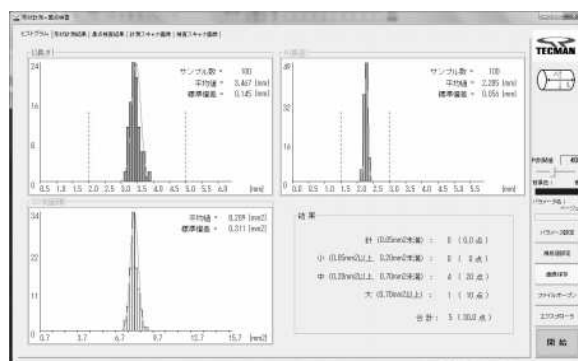
表 1 手計測と PC 計測の比較 [mm]

色	測定部	手計測		PC計測	
		平均	標準偏差	平均	標準偏差
白	L	5.69	0.646	5.69	0.691
	R	2.98	0.245	2.93	0.130
ベージュ	L	3.35	0.065	3.39	0.054
	R	2.28	0.053	2.30	0.050
黒	L	6.45	1.218	6.43	0.930
	R	2.27	0.078	2.20	0.069

という意味でもスキャナ上に無造作に置いて計測できることが望ましい。そこで、撮影された画像の中から姿勢を判断するアルゴリズムを開発し、側面を撮影しているペレットを抽出して寸法を計測するように改良していき、検査の全自動化を進めていきたい。



(a) 装置外観



(b) GUI の一例

図 5 EP-SCAN

5 結 言

本研究では、スキャナとPCを用いたプラスチックペレット形状計測システムを開発し、検査時間の短縮及び検査精度の向上を実現した。本システムを用いることでこれまで人手で数百個のペレットを一つ一つ検査していた処理を1分程度に短縮し、形状計測及び黒点ランク付けの検査を高精度化することができた。また、計測箇所をペレットの画像に表示することで検査の客観性を示す効果も期待できる。さらにPCを用いたことで検査結果の管理も容易になった。本システムは2011年2月にテクマン工業株式会社から『EP-SCAN』という製品名で商品化された。製品の概観を図5に示す。

今後取り組んでいく課題としては、システムの使いやすさの向上が上げられる。現在のシステムは、円柱状のペレットを倒してスキャナ上におく必要があるが、より計測の工数を減らす

文 献

- 1) 高橋義行, 佐藤敏幸, 後藤恒義, 荒井広志: 山形県工業技術センター報告, No.34 (2002), 1.

電界集中を利用した局所的ポーラスシリコンの形成及び 界面活性剤添加効果

矢作徹 岩松新之輔 渡部善幸 小林誠也

Local Fabrication Technique of Porous Silicon by Concentration of Electric Field and Effect of Addition of Surfactants to Hydrofluoric Solutions

Toru YAHAGI Shinnosuke IWAMATSU Yoshiyuki WATANABE Seiya KOBAYASHI

1 緒 言

ポーラスシリコン(PSi)は微細な細孔をもつスポンジ状のシリコンであり,表面積が大きく,可視発光を示すなど通常のシリコンにはない物性をもつ¹⁾。これらの物性を応用してセンサや発光素子,燃料電池等,各種デバイスの研究開発がさかんに行われており,MEMS 分野への応用展開が期待されている²⁾。PSi はフッ酸溶液中での単結晶 Si の陽極酸化で生じるピットにより形成されるが,その形成条件にはウエハ比抵抗,電流密度,表面形状,溶液組成等多くの要因があり,ピット間隔や形状は十分に制御できていない³⁾。前回筆者らはフッ酸濃度,電流密度,溶液への添加剤等 PSi の各種形成条件について報告した⁴⁾。本研究では Si ウエハ上に予め微細なパターンを形成し,パターン凹凸部への電界集中を利用することでパターン位置への局所的な PSi 形成を試みた。さらに局所的 PSi 形成におけるフッ酸溶液への界面活性剤添加効果についても検討したので報告する。

2 実験方法

2.1 Si ウエハ上への微細パターン形成

実験には n 型(100)の単結晶 Si ウエハ(5.0[Ω cm])を用い,フォトリソグラフィ及び SF₆ プラズマエッチングで深さ 0.6μm,幅 1~8μm の Line&Space 及び 1~2μm□パターンを [110] 及び [001] 方向に平行に形成した。図 1 にパターン形成後の Si ウエハの外観を示す。導通のためウエハ裏面には Au/Cr 層を成膜した。

2.2 陽極酸化

陽極酸化装置は前回報告した実験と同様のものを用いた⁴⁾。対抗電極には線径 0.5mm,純度 99.95%の白金ワイヤをうずまき状に加工し

たものを使用した。白金電極及びウエハ間距離は 3.5cm とし,両極が十分浸るようにフッ酸溶液で満たした。陽極酸化に必要なホール(正孔)を発生させるためハロゲン光源の光をウエハ直上約 20cm の距離から照射した。

表 1 に実験に用いたフッ酸溶液組成を示す。フッ酸の濃度は一定とし,無添加のフッ酸の他,EtOH,界面活性剤 Tween20,TritonX-100 をそれぞれフッ酸に添加したものの 4 水準で実験を行った。いずれの場合も電流密度は 100mA/cm²,陽極酸化時間は 10 分間とした。

2.3 評価

陽極酸化後のウエハ表面及び断面観察は走査型電子顕微鏡(日本電子(株)製,JSM-6301F)により行った。化学分析用電子天秤を用いて陽極酸化前後の変化重量を測定した。

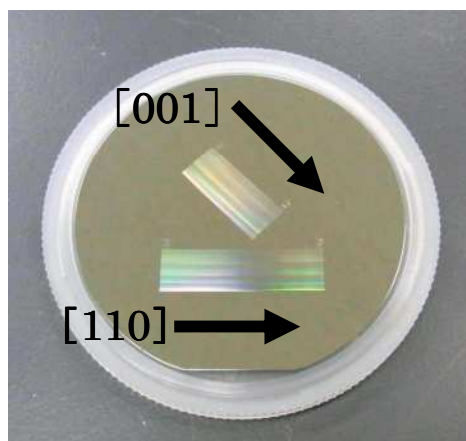


図 1 パターン形成後の Si ウエハ

表 1 溶液組成

HF 25wt%
HF 25wt% , EtOH 60vol%
HF 25wt% , Tween20 0.1vol%
HF 25wt% , TritonX-100 0.1vol%

3 実験結果および考察

3.1 パタン形成による局所的 PSi 形成

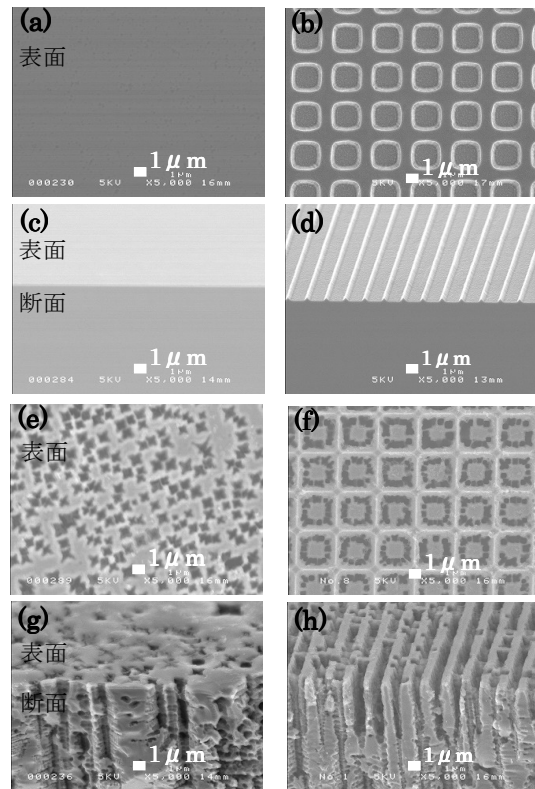
図 2 にパタン無し及びパタン有りの場合における陽極酸化前後の Si ウエハの SEM 写真を示す。パタンは $2\mu\text{m}$ □及び $1\mu\text{m}$ Line&Space 部分を示す。フッ酸溶液は無添加のものをを用いた。図 2 よりパタン無しウエハでは直径 $1\mu\text{m}$ 程度の PSi ピットが無秩序に形成された。一方予めパタンを形成したウエハではパタン構造に沿ってピットが形成された。Line&Space 及び□パタンいずれにおいても同様の結果であった。これはウエハ表面の平らな部分よりもパタン凹凸部に電界が集中することによりパタンに沿って選択的に陽極酸化が進んだためと考えられる。図 3 に電界集中による局所的な陽極酸化の模式図を示す。断面観察よりパタン有りウエハでは表面から約 $10\mu\text{m}$ 程度の深さまでパタン由来の構造が確認された。パタン由来構造よりもさらに深部ではパタン無しウエハと同様の断面構造であった。

3.2 界面活性剤の添加効果

図 4 にフッ酸溶液への添加物と PSi 形成前後の変化重量を示す。無添加に比べて EtOH, Tween20, TritonX-100 を添加したものではありません。通常 PSi の形成では発生する水素の気泡を効率的に除去するために EtOH が添加される²⁾。EtOH の場合は陽極酸化における Si の溶解が促進され変化重量が大きくなるが Tween20, TritonX-100 においても同じように変化重量が大きくなっていることから、EtOH 同様発生する水素が効率的に除去され陽極酸化が促進されたと考えられる。

図 5 にパタン無し及びパタン有りで添加物を加えて形成した場合の SEM 写真を示す。パタンは $2\mu\text{m}$ □及び $4\mu\text{m}$ Line&Space 部分を示す。

パタン無しウエハでは界面活性剤 Tween20, TritonX-100 を加えたものは無添加に比べてより高密度に分布したピットが形成された。一方 EtOH 添加の場合は結晶方位に起因すると思われる亀裂状構造が形成された。ウエハ外観においては添加物を加えたものはいずれも無添加の場合に比べてむらのない外観となった。これは添加剤の効果によってウエハ表面に均一な PSi 由来の構造が形成されたためと考えられる。



パタン無し パタン有り
図 2 陽極酸化前後の Si ウエハ
(a~d: 前, e~h: 後)

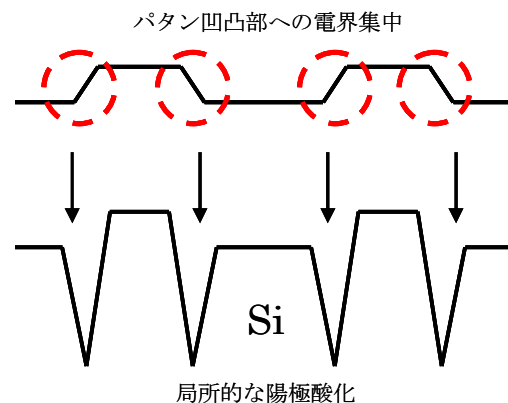


図 3 陽極酸化模式図

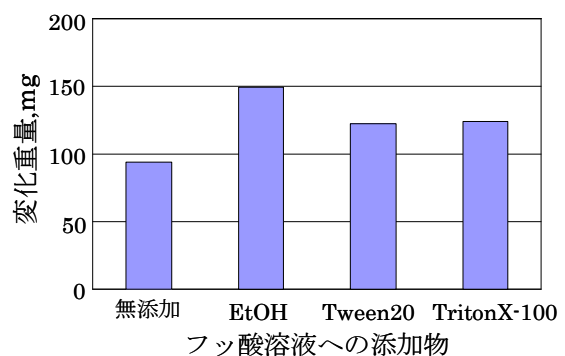


図 4 フッ酸溶液への添加物と変化重量

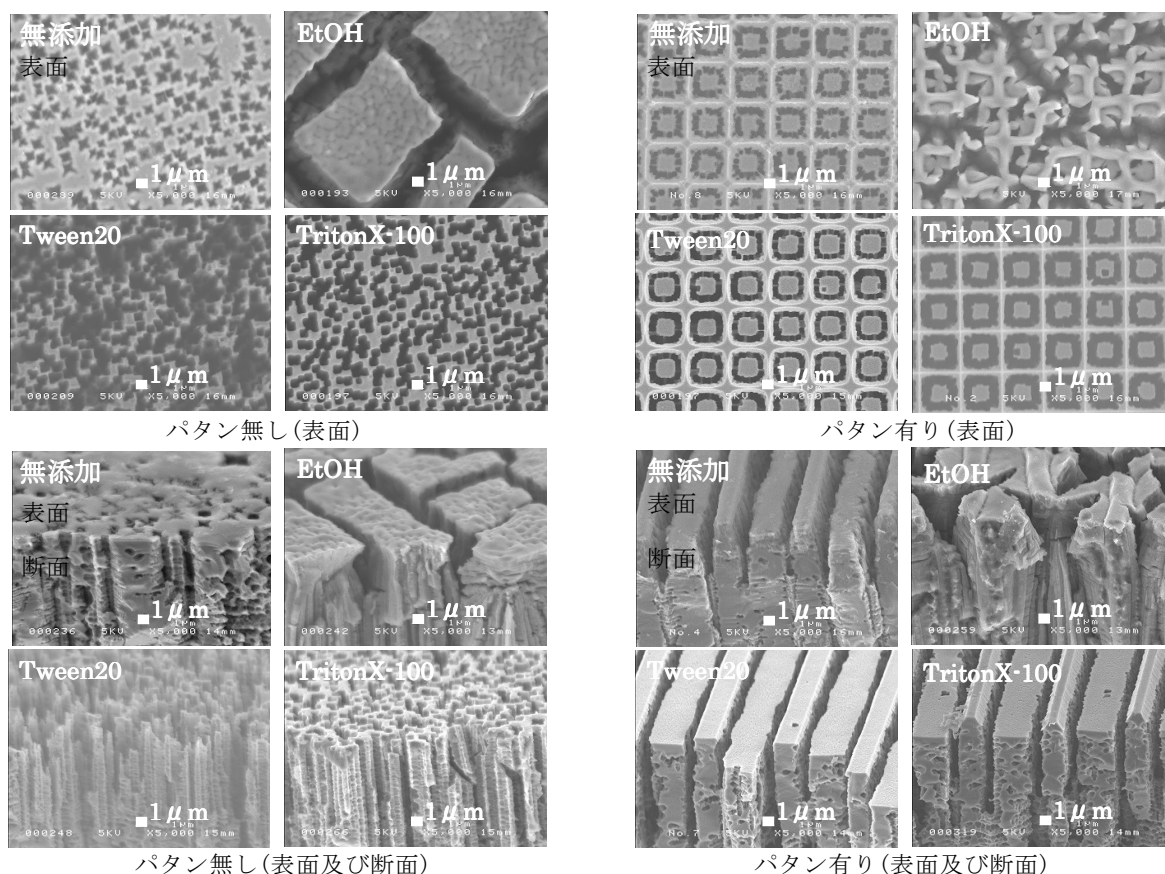


図 5 添加物を加えて形成した PSi

パターン有りウエハでは界面活性剤を添加したものは無添加に比べてパターン形状に沿ってより緻密なピットが形成された。これは界面活性剤の添加効果及びパターン形成による電界集中効果が同時にあらわれ、パターン凹凸部においてより集中的に PSi ピットが形成されたためと考えられる。

断面観察においても界面活性剤を添加したものはパターン由来の溝構造が深さ 20 μm 程度まで確認でき無添加に比べるとより深部までパターン構造が形成されていた。

一方 EtOH 添加の場合はパターン無しの場合と同様に亀裂状構造が優先的に形成されパタンの影響はほとんど見られなかった。

3.3 結晶方位に対するパターン方向の影響

図 6 に結晶方位に対するパターン方向を変化させて PSi を形成した場合の SEM 写真を示す。パターンは 4 μm の Line&Space 構造で左列は [110] に平行、右列は [001] に平行である。図 6 より陽極酸化前は同一パターンでも結晶方位に対する方向が異なると PSi 形成後の形状が変化することが確認できた。図 6 及び図 2(b)から確認できるように PSi ピット単体の形状は [010] 及び [001]

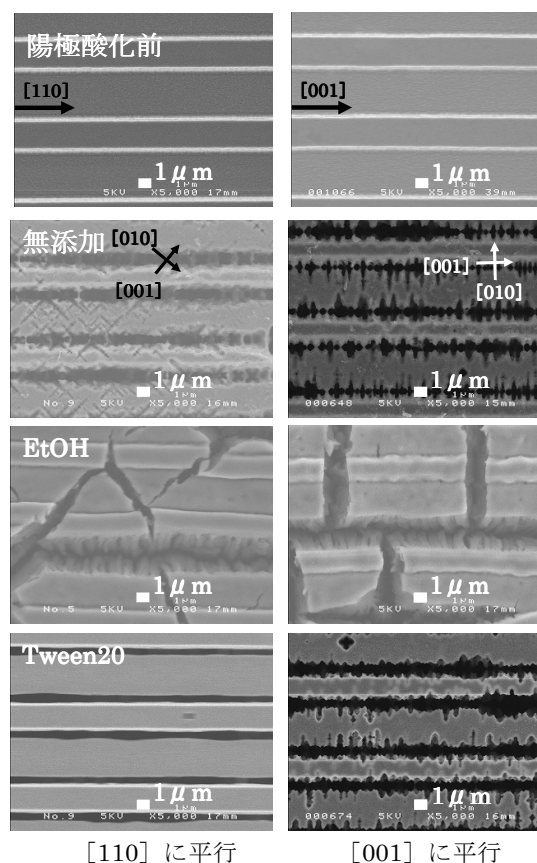


図 6 パターン方向を変えて形成した PSi

に沿って優先的に溶解した構造になっている。この構造のままパタン凹凸部に沿って無数の PSi ピットが形成されるため結晶方位に対するパタン方向によって陽極酸化後の形状が異なると考えられる。界面活性剤を添加したものは特に顕著であり、[110] に平行なものは凹凸部分に形成されたピット同士が繋がりパタンに沿ったきれいなライン構造となったが [001] に平行な場合はパタンに垂直な [010] 方向への溶解もみられ複雑な形状となった。

4 結 言

- 1) Si ウエハ上に予め形成した微細パタン凹凸部への電界集中によりウエハ表面に局所的な PSi ピットが形成される。
- 2) フッ酸溶液への界面活性剤添加によりパタンに沿ったより緻密な PSi ピットが形成される。
- 3) 同一パタンでも結晶方位に対するパタン方向の違いにより, PSi ピット形成後の形状が変化する。

文 献

- 1) B. Gelloz, M. Sato, N. Koshida: Jpn. J. Appl. Phys., 47 (2008), 2902.
- 2) Y. Tao, M. Esashi : J. Micromech. Microeng. 14 (2004), 1411.
- 3) L. Canham(ed.): Properties of Porous Silicon, 1997.
- 4) 矢作徹, 阿部泰, 岩松新之輔, 渡部善幸, 小林誠也 : 山形県工業技術センター報告, No.42 (2010) 46.

アルミニウムによる黒鉛コーティング銅パイプの铸ぐるみ

小川聖志 芦野邦夫 槇寛

Aluminum Insert Casting of Copper Pipe Coated with Carbon Graphite

Satoshi OGAWA Kunio ASHINO Hiroshi MAKI

1 緒 言

プラスチックシートの真空成形では、生産効率を高めるために成形サイクルタイムの短縮が課題となっている。成形サイクルタイムの短縮には、金型の熱交換を速やかに行うことが有効であり、金型の形状に適した自由形状の水路を金型内に設けることで、これを実現する方法が提案されている^{1), 2)}

プラスチックシートの真空成形金型には一般にアルミニウム合金製の金型が使用されている。これに自由形状の配管を設ける場合は、熱伝導が良好であり、かつ、安価で塑性加工の容易な銅パイプを用いることが適当である。しかし、铸造法で銅パイプを铸ぐるむことにより金型内に配置する場合は、銅と熔融アルミニウムとの反応性が高いため³⁾銅パイプが溶損する可能性がある。

そこで、本研究では、銅パイプに表面処理を施すことで、熔融アルミニウムとの反応を抑制しながら、銅パイプを铸ぐるむ技術を開発した。

2 実験方法

2.1 表面処理銅棒の溶損試験

各表面処理による銅（以下 Cu）と熔融アルミニウム（以下 Al）との反応抑制効果を調べた。図 1 に実験の概略図、表 1 に実験条件を示す。実験は、表面処理を施したタフピッチ銅棒（直径 8mm）を熔融 Al に所定時間浸漬することで行った。なお、ニッケル（以下 Ni）めっきは電解 Ni を使い、酸化皮膜は大気中にて 600℃で 30 分間保持することにより、黒鉛コーティングは市販の黒鉛スプレー（日本黒鉛工業㈱製 商品名 バニーハイト）を吹き付けることにより、それぞれ形成した。反応抑制効果は、浸漬後の Cu 棒の外観と Al との界面付近について組織観察を行い、皮膜厚さの変化や反応生成物などによ

り判断した。

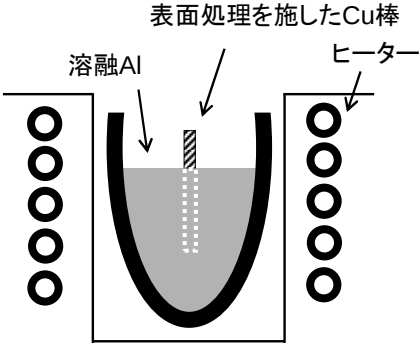


図 1 溶損試験の概略図

表 1 溶損試験の条件

表面処理	Ni めっき（膜厚 400～700μm）
	酸化皮膜（膜厚 10～30μm）
	黒鉛皮膜（膜厚 30～40μm）
Al 材料	AC4C（Al - Si - Mg 系）
溶湯温度	800℃
浸漬時間	10, 30, 60 秒

2.2 銅パイプ铸ぐるみ試験片の作製

表面処理を施したリン脱酸 Cu パイプ（外径 10mm，内径 7mm）を铸ぐるんだ Y ブロック（CO₂ 型，図 2）を作製した。

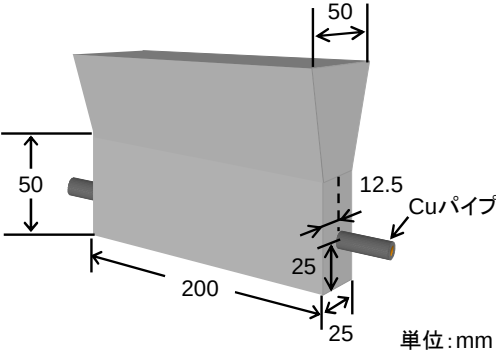


図 2 Yブロックの概略図

表 2 に示す黒鉛コーティングを施した Cu パイプ及び対照としてコーティングをしない Cu パイプを、それぞれ、AC4C を用いて铸込温度 700℃で重力铸造法により铸ぐるんだ。作製した Y ブロックから 20mm×46mm×192mm の試験片に加工して、X 線透過試験により内部を観察した。

表 2 铸ぐるみの条件

表面处理	黒鉛スプレー (バインダ有り)	膜厚	10～ 20μm
	黒鉛スプレー (バインダ無し)	膜厚	10～ 20μm
	アセチレン スモーク	膜厚	20～ 100μm
Al 材料	AC4C (Al - Si - Mg 系)		
溶湯温度	700℃		

2.3 自由形状銅パイプの铸ぐるみ

Al による Cu の铸ぐるみ技術が成形金型に応用できるかの可能性を調べるため、曲げ加工を施した Cu パイプを铸ぐるんだブロック (図 3) を作製した。表面处理は 10～20μm の黒鉛コーティング (バインダー有り) とした。铸造方法は 2.2 と同様である。

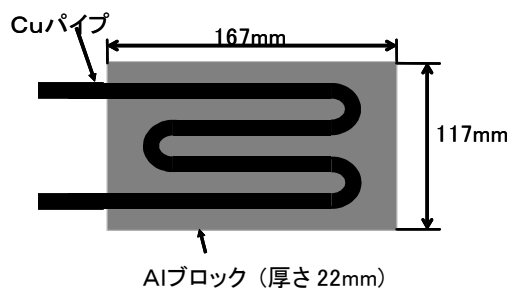


図 3 铸ぐるみブロックの形状

3 実験結果および考察

3.1 表面处理 Cu 棒の溶損試験結果

図 4 に溶融 Al に浸漬した Cu 棒の外観を示す。Ni めっき処理 Cu 棒 (図 4(a))、酸化皮膜処理 Cu 棒 (図 4(b)) は、浸漬時間 60 秒では形状が明らかに変化し、溶損していることが観察できる。一方、黒鉛コーティング Cu 棒 (図 4(c)) は、60 秒でも形状は変化せず、溶融 Al による溶損はないと考えられる。

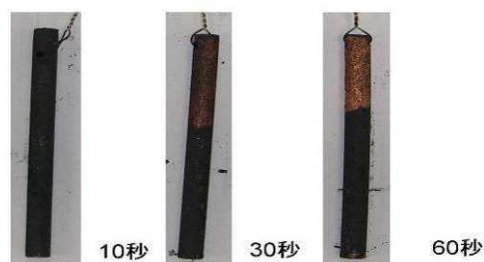
図 5 に、Ni めっき処理 Cu 棒と Al との界面付近の組織観察結果を示す。もともと膜厚 400～700nm の皮膜は、30 秒後 (図 5(a)) で約 20μm まで減少しており、Ni と Al との反応生成物 (Cu も含む) が確認できる。60 秒後 (図 5(b)) では Ni めっきは消失し、Al と Cu との反応生成物だけが確認できる。これは、Ni の融点は約 1453℃であるが⁴⁾、溶融 Al との共晶反応により融点が低下 (約 640℃)⁴⁾して Ni の溶融が進み、消失するに至ったと考えられる。



(a) Ni めっき



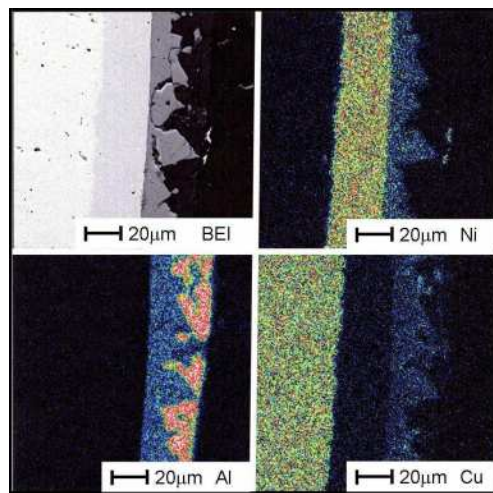
(b) 酸化皮膜



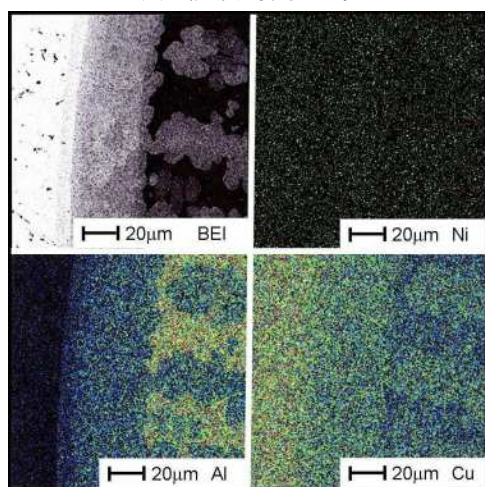
(c) 黒鉛コーティング

図 4 溶融 Al に浸漬した Cu 棒の外観

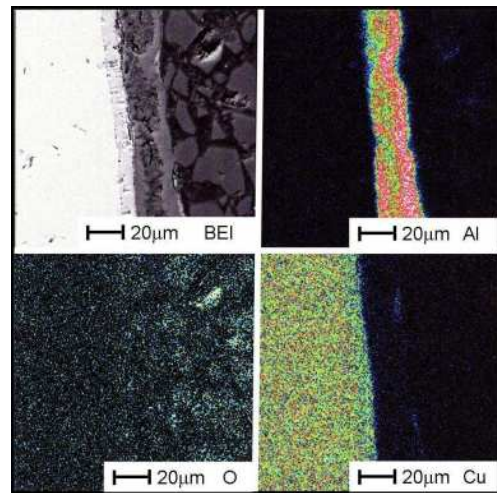
図 6 に、酸化皮膜処理 Cu 棒と Al との界面付近の組織観察結果を示す。もともと膜厚 10～30μm の皮膜は 30 秒後 (図 6(a)) で 10μm 以下まで減少し、さらに酸化皮膜に Al が侵入していることがわかる。60 秒後 (図 6(b)) では、酸化皮膜は確認できず、Al と Cu との反応生成物が確認できる。これは、Cu 酸化物は Al 酸化物よりも標準生成自由エネルギーが大きい⁵⁾ため、テルミット反応により酸化皮膜が還元され



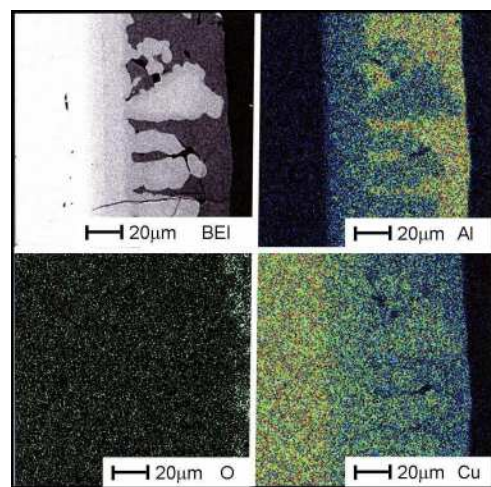
(a) 浸漬時間 30 秒



(b) 浸漬時間 60 秒

図 5 Ni めっき処理 Cu 棒と Al との界面
付近の組織

(a) 浸漬時間 30 秒



(b) 浸漬時間 60 秒

図 6 酸化皮膜処理 Cu 棒と Al との界面
付近の組織

Cu の溶融が進み、消失するに至ったと考えられる。

以上のことから、Ni めっき及び酸化皮膜は溶融 Al との反応抑制効果は小さいと考えられる。

黒鉛コーティングの場合は、浸漬時間 60 秒でも形状が変化しないことから反応抑制効果が期待できるが、Al が付着しないことや断面研磨時に黒鉛が脱落することから、鑄ぐるみ試験片を用いて界面の組織観察を行うことにした。

3.2 Cu パイプ鑄ぐるみ試験片の作製結果

Cu パイプを鑄ぐるんだ試験片を作製したところ、黒鉛コーティングを施したものは、いずれも外観上良好に鑄ぐるむことができた。

鑄ぐるみ試験片の X 線透過写真を図 7 に示す。無処理の場合は、Cu パイプが著しく溶損していることがわかる。一方、黒鉛コーティン

グを施した場合は、いずれも、パイプの形状が明瞭に残っている。しかし、バインダ無し黒鉛スプレー、アセチレンスモークによる黒鉛コーティングでは、一部ボイドが観察された。これは、Y ブロック内に Cu パイプを配置して注湯していることから、乱流によるブローホールも考えられるが、さらに検討が必要である。

図 8 に、バインダ有り黒鉛コーティングの場合について、溶融 Al と Cu との界面付近の組織観察を行った結果を示す。黒鉛皮膜には黒鉛の脱落あるいはボイドが見られるものの、Al と密着していることがわかる。また、Al 及び Cu と黒鉛との反応は見られないことから、黒鉛コーティングによって反応を抑制することができ、良好に鑄ぐるむことができると考えられる。

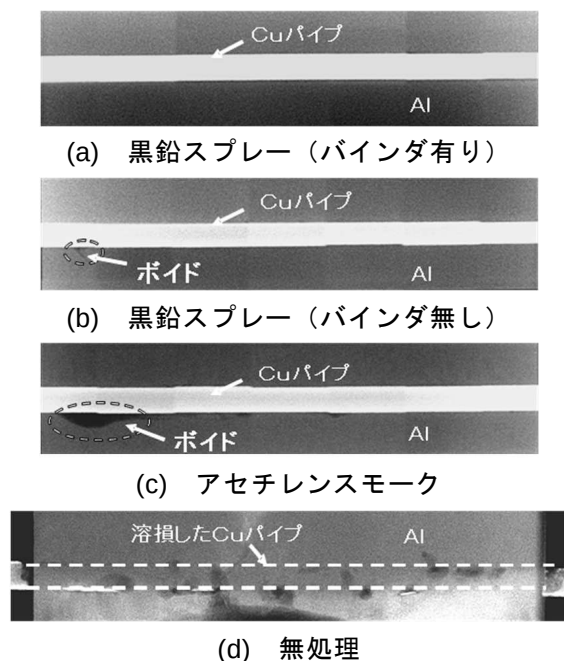


図 7 铸ぐるみ試験片の X 線透過写真

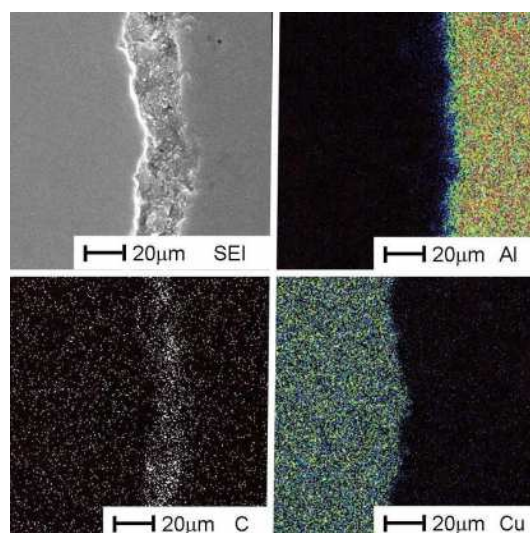


図 8 黒鉛コーティング Cu パイプと Al との界面付近の組織

3.3 自由形状 Cu パイプの铸ぐるみ結果

自由形状 Cu パイプを铸ぐるんだところ、外觀上問題ない Al ブロックが得られた。そこで、ブロック表面を一定温度とした後、配管に温水を温水し、ブロック表面の温度を赤外線サーモグラフィ (NEC/Avio H2640) により観察した (図 9)。昇温した Cu パイプ (図中黒い部分) が明瞭に認められ、溶損や閉塞はなく、铸ぐるみの結果は良好であったと考えられる。

このときのブロック表面の熱伝導について、表面温度のヒストグラムにより調べた。表面温度のヒストグラムの結果を図 10 に示す。通水

直後は 8℃以下だったのが、10 秒後にはブロック表面の 80%が 42～63℃, 30 秒後は 74～80℃に達することがわかった。金型に適用する場合は、さらに流量、パイプ径等の影響についても検討することが必要と思われる。

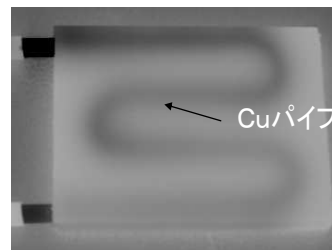


図 9 Al ブロックの熱画像 (通水 2 秒後)

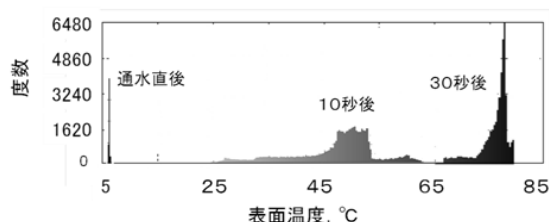


図 10 表面温度のヒストグラム

4 結 言

本研究により、以下の知見が得られた。

- 1) 熔融 Al と Cu の反応について、Ni めっきと酸化皮膜は抑制効果が少ないが、黒鉛コーティングは反応を抑制することができる。
- 2) Al で Cu パイプを铸ぐるむ場合、黒鉛コーティングを施すことで良好に铸ぐるむことが可能である。
- 3) 自由形状の Cu パイプを铸ぐるむことができ、金型冷却配管への応用可能性が示された。

文 献

- 1) 山田享, 佐藤昇, 中野哲, 晴山巧: 山形県工業技術センター報告, No.38(2006)62.
- 2) 中野哲: 第 21 回プラスチック成形加工学会年次大会講演要旨集, 2010, 133 頁.
- 3) 佐藤健二, 阿部真丈: 第 134 回日本铸造工学会全国講演大会講演概要集, No3, 1999, 95 頁.
- 4) (社)日本金属学編: 金属データブック, 1984, 424 頁.
- 5) (社)日本化学会編: 化学便覧 基礎編 II, 1966, 820 頁.

接種処理の最適化による球状黒鉛鋳鉄の組織微細化

【自動車関連産業集積促進事業】

【経済産業省 戦略的基盤技術高度化支援事業】

松木俊朗 小川仁史 山田享 長谷川徹雄* 前田健蔵** 長谷川文彦*** 鹿毛秀彦****

Microstructure Refinement of Spheroidal Graphite Cast Iron by Optimized Inoculation Process

Toshiro MATSUKI Hitoshi OGAWA Toru YAMADA

Tetsuo HASEGAWA* Kenzo MAEDA** Fumihiko HASEGAWA*** Hidehiko KAGE****

1 緒 言

球状黒鉛鋳鉄は強度、延性・靱性に優れる材料であり、自動車部品等に多く用いられている。最近では、エンジンの燃焼効率向上に代表される環境負荷低減や各種部材の耐久性向上が強く求められており、鋳鉄においてもユーザ（川下企業）から鋳造業者（川上企業）に対し耐熱性向上、耐摩耗性向上、延性・靱性の向上等の要求が寄せられている。これらの特性を向上させるためには合金元素の多量添加が有効であるが、現状の材料では添加量の増大に伴いチル（セメントタイト）が晶出した異常組織の生成や元素の偏析による脆化等の悪影響が懸念される。したがって、合金元素の許容量を増やしユーザの要求に応えるためには、組織の微細化によるチル化の抑制や偏析の低減といった鋳鉄の基本的な特性の向上が必要と考えられる。

そこで、当グループでは鋳鉄の特性向上のための基礎技術として、鋳造工程における溶湯処理のひとつ「接種」による組織の微細化に取り組んだ。接種とは鋳鉄溶湯に微量元素（Ca, Ba, Sr, Al 等）を含む Fe-Si 合金等を添加する処理であり、これが黒鉛化に作用し、セメントタイトの生成を防止する¹⁾。黒鉛化を促進することは黒鉛粒数の増加にもつながるが、1つの球状黒鉛がそのまま1つの共晶セルを形作っているため²⁾、黒鉛粒数が多いほど微細な組織が得られる。したがって、接種を効果的に行い組織を微細化することで、結果的に特性向上に有効な合金元素の添加許容量を増大させることが可能になると考えられる。

本研究では組織微細化の基礎技術の確立を目的とし、接種方法の最適化について検討した。実験的な検討の他、企業の現場における微細化効果の検証も併せて実施した。

2 実験方法

2.1 接種方法の検討

るつぼ内（一次）及び鋳型内（二次）接種の組み合わせによる接種効果を比較した。

供試材の目標組成を 3.7 mass%C-2.9 mass%Si-0.1 mass%Mn（以下 mass は省略）とした。高周波溶解炉（50 kW, 10 kHz）により銑鉄、工業用純鉄、Fe-Si を溶解して元湯成分を調整した後、Fe-45 %Si-4 %Mg 合金を用いて球状化処理を行った。この時、るつぼ内で Sr 系接種剤（Fe-75 %Si-0.4 %Al-0.9 %Sr, 0.5 %添加）又は普通接種剤（Fe-46 %Si-0.1 %Ca-0.6 %Al, 0.8 %添加）による一次接種を行った。

球状化反応後の溶湯をロックオフ Kb 型（直径 25 mm 丸棒）に注湯した。この時、一部の供試材について、ロックオフ型の上に図 1 に示す専用鋳型を配置し、二次接種（Fe-70 %Si

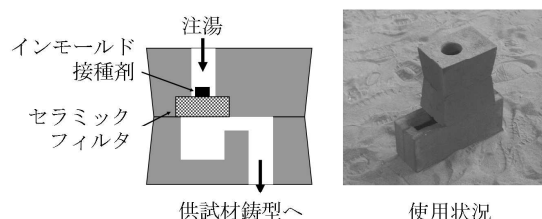


図 1 鋳型内接種に用いた専用鋳型

*株式会社ハラチュウ **株式会社柴田製作所 ***カクチョウ株式会社 ****有限会社日下レアメタル研究所

-3 %Al, 0.3 %添加)を行った。

得られた供試材について、金属組織観察により粒径 $2\mu\text{m}$ 以上の黒鉛粒数を計測し、粒数 $1000\text{個}/\text{mm}^2$ 以上を微細化達成の指標とした。

2.2 接種剤の種類を検討

現場で用いる市販の接種剤にはさまざまな種類があり、含有する微量元素により効果が異なることが知られている³⁾。そこで、一次接種剤として① Sr 系 (Fe-75 %Si-0.4 %Al-0.9 %Sr)、② Ca-Ba 系 (Fe-70 %Si-2.1 %Al-2.4 %(Ca+Ba))、③ Bi 系 (Fe-71 %Si-1.7 %Ca-0.9 %Al-0.8 %Bi-0.6 %RE)、④ 普通 (Fe-46 %Si-0.1 %Ca-0.6 %Al) を用い、一次/二次接種を併用した際の組織を比較した。

供試材の目標組成を 3.6 %C-2.6 %Si-0.1 %Mn とした。高周波溶解炉 (50 kW, 10 kHz) により銑鉄、工業用純鉄、Fe-Si を溶解して元湯成分を調整した後、Fe-45 %Si-4 %Mg 合金による球状化处理と同時に一次接

種 (0.3 %添加) を行った。この後、2.1 と同様に二次接種を行いながらロックオフ Kb 型に注湯し、供試材の組織観察及び黒鉛粒数測定を行った。

2.3 組織微細化技術の現場的な検証

接種及び球状化处理の効果は、時間の経過に伴い失われるフェーディング現象^{1,4,5)}が知られている。そこで、比較的注湯に時間を要する現場においても開発技術が有効であるかを確認するため、組織微細化効果の持続性を評価した。

供試材の目標組成を 3.7 %C-2.5 %Si-0.2 %Mn とした。現場の高周波溶解炉 (700 kW, 500 Hz) により銑鉄、スクラップ、戻り材、添加合金等を溶解して元湯成分を調整した後、反応取鍋で球状化处理及び一次接種 (Fe-75 %Si-0.4 %Al-0.9 %Sr, 0.5 %添加) を行った。

球状化反応後の溶湯について、反応終了 3 分後から 10 分後まで、間隔を置いてロックオ

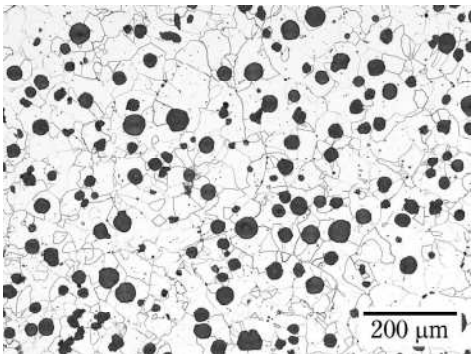
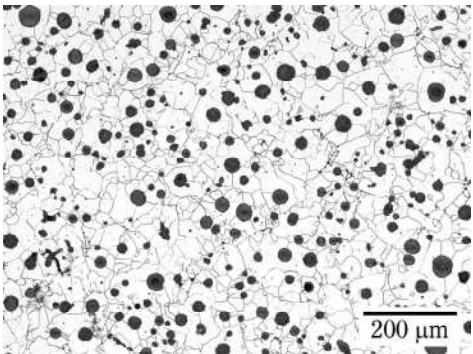
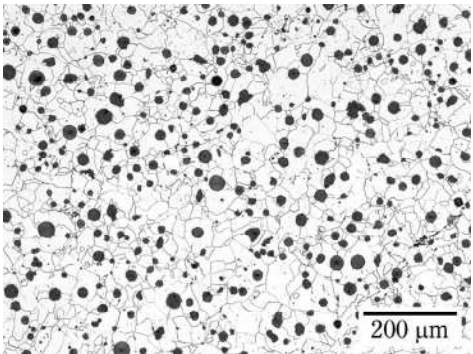
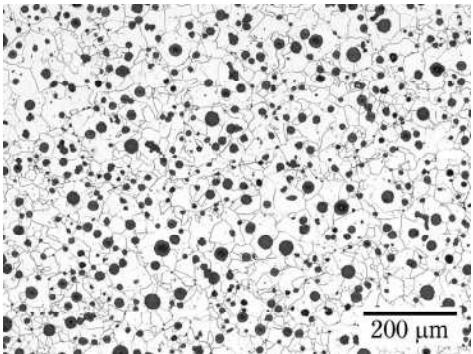
一次接種：普通／二次接種：無し	一次接種：Sr 系／二次接種：無し
 黒鉛粒数 $820\text{個}/\text{mm}^2$	 黒鉛粒数 $940\text{個}/\text{mm}^2$
一次接種：普通／二次接種：有り	一次接種：Sr 系／二次接種：有り
 黒鉛粒数 $1240\text{個}/\text{mm}^2$	 黒鉛粒数 $1480\text{個}/\text{mm}^2$

図 2 ミクロ組織及び及び黒鉛粒数に及ぼす接種方法の影響

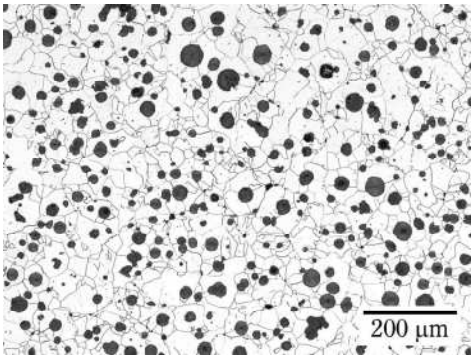
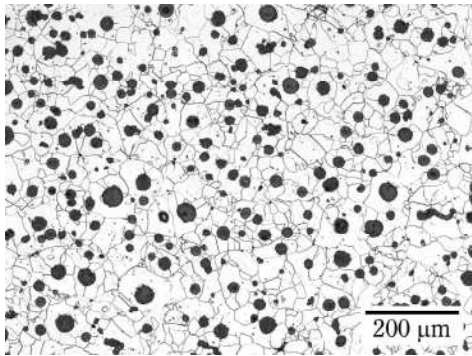
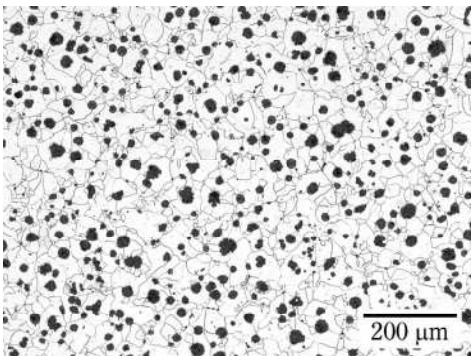
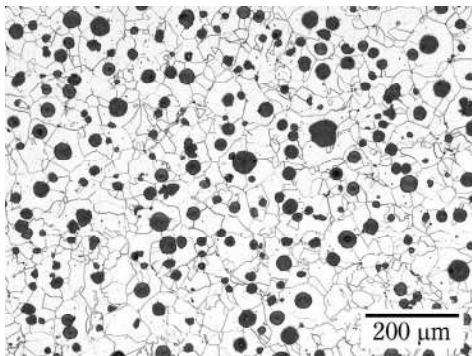
① Sr 系接種剤	② Ca-Ba 系接種剤
 黒鉛粒数 870 個/mm²	 黒鉛粒数 850 個/mm²
③ Bi 系接種剤	④ 普通接種剤
 黒鉛粒数 1090 個/mm²	 黒鉛粒数 670 個/mm²

図3 一次接種剤の種類によるマイクロ組織及び黒鉛粒数の変化（二段階接種）

フ K_b 型に注湯して供試材を採取した。この時、二次接種（Fe-70 %Si-3 %Al, 0.3 %添加）を行った。

得られた供試材について、2.1 と同様に黒鉛粒数の計測を行った、また、JIS 4 号引張試験片を作製し、機械的性質（強度、破断伸び、ブリネル硬さ）を評価した。

3 実験結果及び考察

3.1 組織の微細化に与える接種方法及び接種剤の種類の影響

図2 に接種方法を変えて採取した供試材のマイクロ組織及び黒鉛粒数を示す。一次接種剤の種類及び二次接種の有無により黒鉛粒数が異なることがわかった。特に、二次接種の実施により黒鉛粒数が大幅に増加し、いずれも黒鉛粒数が 1000 個/mm² 以上となった。鋳型内で行う二次接種は、接種処理から凝固すなわち黒鉛晶出までの時間が短いため、フェーディングが

少なく接種が効果的に作用したと考えられる。また、黒鉛粒数の増加に伴い基地組織のフェライトも非常に微細となった。したがって、二段階接種は組織の微細化に極めて有効であり、特性向上を図るために添加する元素の偏析抑制も期待される。

図3 に一次接種剤の種類を変えて二段階接種（一次/二次接種の併用）を行った供試材のマイクロ組織及び黒鉛粒数を示す。この結果、Bi 系接種剤の微細化効果が最も高く、Sr 系及び Ca-Ba 系接種剤がそれに続くことがわかった。なお、図2 と比較して全体的に黒鉛粒数が少なくなったが、これは接種剤添加量が少なかったこと及び最終 Si 量を低く設定したことが原因と考えられる。

以上の結果より、接種による組織の微細化効果は、接種の方法、接種剤の種類、接種剤の添加量等、多くの要因に影響されることがわかった。したがって、現場での応用に際してはコス

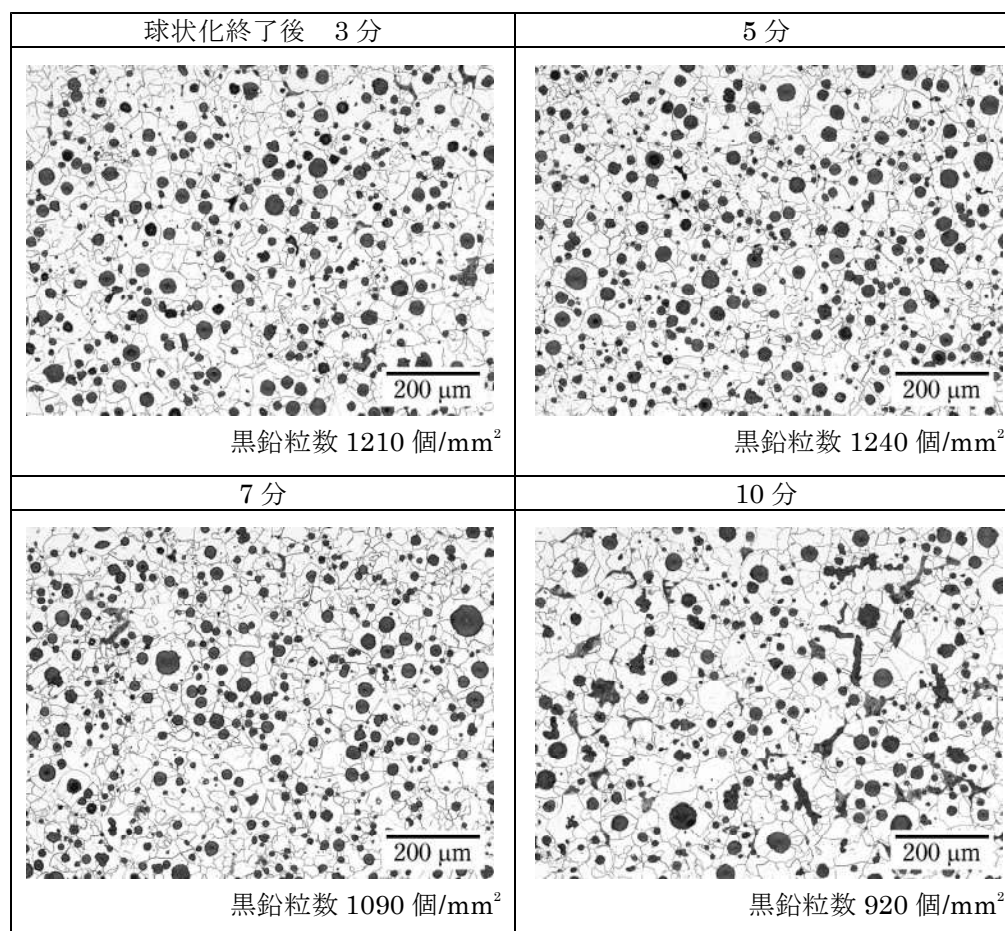


図4 球状化反応終了からの経過時間によるマイクロ組織及び黒鉛粒数の変化（現場採取供試材）

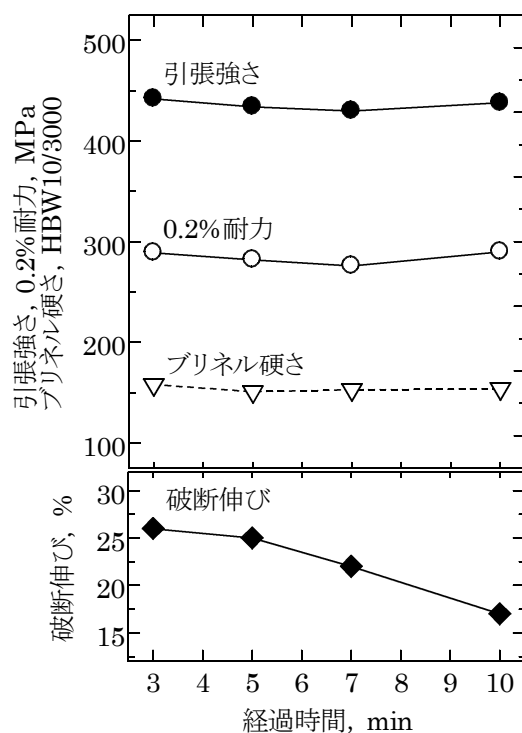


図5 球状化反応終了からの経過時間による機械的性質の変化

トや作業手順も考慮しながら、目的に応じた接種方法を選択する必要があると考えられる。

3.2 現場溶解における微細化効果の持続性

図4に現場で二段階接種を行った供試材について、注湯時における球状化反応終了からの経過時間に対するマイクロ組織及び黒鉛粒数の変化を示す。黒鉛粒数は5分以降減少傾向となり、粗大な黒鉛が見られるようになったが、7分までは粒数 1000 個/mm² 以上を維持し、黒鉛形状は良好な球状であった。しかし、10分経過した供試材では、一部で球状化が崩れ芋虫状の黒鉛が見られた。

図5に機械的性質の推移を示す。0.2%耐力、引張強さ、ブリネル硬さはほぼ一定であったが、破断伸びは時間経過に伴い低下する傾向が見られた。伸びの低下は、図4で示したとおり、球状化効果のフェーディング⁵⁾による黒鉛形状の崩れが原因と考えられる。この現象は一般的なものであり、現場の操業でも十分留意されている。

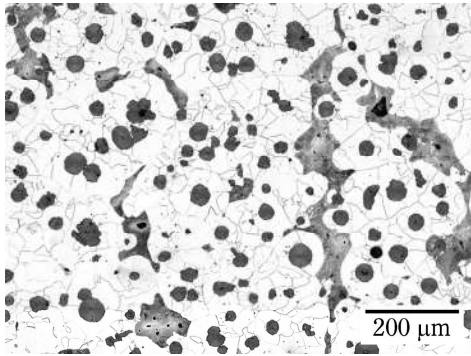


図 6 従来製法による供試材のマイクロ組織
黒鉛粒数 570 個/mm²
引張強さ 497 MPa, 破断伸び 16 %

以上の結果より、二段階接種は現場においても組織の微細化に有効であることがわかった。微細化及び球状化効果の持続性は球状化反応終了後 7 分程度と同等であったことから、従来の操業と同じ時間管理で適用できると考えられる。

ところで、今回採取した試験片の機械的性質は、いずれも FCD400-15 相当（規格値：引張強さ 400 MPa 以上、破断伸び 15 %以上）であった。化学組成を本研究と同等とし、従来の製法により採取した供試材は図 6 に示すマイクロ組織となり、機械的性質は FCD450-10 相当（規格値：引張強さ 450 MPa 以上、破断伸び 10 %以上）となる。図 4、図 6 を比較すると、二段階接種を行った供試材では基地組織中のパーライトが少なく、このことが伸びの向上及び強度の低下の原因と考えられる。したがって、現場での応用に際しては、接種方法及び接種量と機械的性質との関係について十分に留意し、要求される規格を満たすように材質を調整する必要がある。

4 結 言

るつぼ内接種と鋳型内接種を効果的に併用した二段階接種により、球状黒鉛鋳鉄の組織微細化を試みた。結果は以下の通りである。

- 1) 二段階接種を行うことにより、黒鉛粒数 1000 個/mm² 以上の微細化を達成した。
- 2) 組織微細化の持続性を現場的に検証した結果、球状化処理後 7 分までは組織及び機械的性質が維持されることから、開発技術が現場でも適用可能であることがわかった。

文 献

- 1) 中江秀雄：鋳造工学，産業図書，1995，131 頁．
- 2) 中江秀雄：鋳造工学，産業図書，1995，95 頁．
- 3) 鋳鉄の生産技術教本編集部会：鋳鉄の生産技術（改訂版），素形材センター，1993，263 頁．
- 4) 鋳鉄の生産技術教本編集部会：鋳鉄の生産技術（改訂版），素形材センター，1993，241 頁．
- 5) 井川克也ら：球状黒鉛鋳鉄の基礎と応用，丸善，1995，129 頁．

砕石粉のコンクリート用としての品質試験

【平成 21～22 年度 産業廃棄物税充当事業】

豊田匡曜 藤野知樹

Qualification Test of Crushed Stone Powder for Concrete

Masaaki TOYODA Tomoki FUJINO

1 緒 言

県内には砕石製造事業所が約 40 事業所あり、骨材には適していない微粉が発生している。乾式で排出されるものは砕石粉、湿式のもの脱水ケーキやスラッジと呼ばれる。本報では便宜的にどちらも砕石粉と呼ぶこととする。砕石製造事業所では、砕石粉をタイルの原料等に利用してきたが、発生量が膨大なことや事業所毎に性状が異なることから、大部分を埋め戻しにより堆積しているのが現状である。県内の事業所の大部分が未調査であることから、全事業所の性状を把握することが利用拡大につながると考えられた。

砕石粉の用途のひとつとして、コンクリート原料とする動きがある。2002 年には JIS の前身となる TR A0015「コンクリート用砕石粉」¹⁾が公表され、2009 年 3 月には JIS A5041 が制定された（表 1）。品質について一定の基準が示されたものと言える。

これまで筆者らは、山形県内での砕石粉は 19 の砕石製造事業所より排出されること（図 1）、その量は年間 12 万トンに達することを聞き取り、化学組成や鉱物組成について調査してきた。コンクリート原料を想定した試験としては、湿分、密度、150 μ m ふるい残分、メチレンブルー吸着量（以下、MB 吸着量）を明らかにしてきた²⁾。

本報では、引き続きコンクリート原料としての有効利用を目指し、JIS A5041 に規定される品質項目のうち、未実施であったモルタル硬化体の圧縮強度試験とフレッシュモルタルの流動性試験を行った。さらに、砕石粉を段階的に配合した場合の圧縮強度と流動性を明らかにした。いくつかの知見を得たので報告する。

表 1 砕石粉の品質 (JIS A5041, TR A0015)

項目	規定値
湿分(%)	1.0 以下
密度(g/cm ³)	2.5 以上
150 μ m ふるい残分(%)	5 以下
MB 吸着量(mg/g)	10.0 以下
活性度指数(%)	60 以上
フロー値比(%)	90 以上

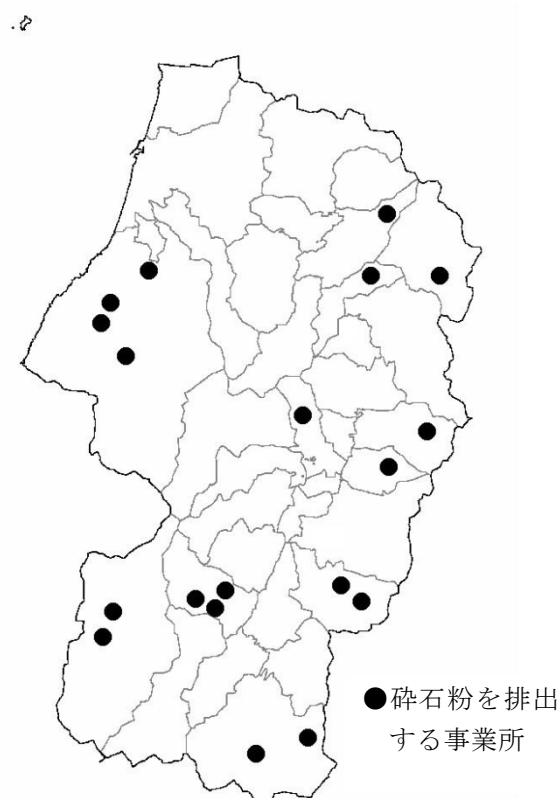


図 1 砕石粉を排出する事業所の位置

2 実験方法

2.1 試料と配合

県内 16 社の砕石製造事業所より砕石粉を採取した。砕石粉の採取回数は事業所毎に 1 回とし、採取量は偏析等を考慮して 20kg 程度とした。砕石粉と細骨材を分離は、スクリーニングスを水洗することで行われる。これに凝集剤を添加し、シックナや沈殿池にて微粉を沈降させ、フィルタプレスや天日干しにて水分をある程度除いた状態にする。試料は、主に濡れた状態で得られるため、風乾してから試験に用いた。風乾した試料は、粒子が壊れないように解砕し、150 μ m のふるいを通してから試験に用いた。

セメントとして普通ポルトランドセメントを使用した。細骨材として(社)セメント協会の標準砂を用いた。練混ぜ水は上水道水とし、使用にあたっては 20 $\pm$ 1 $^{\circ}$ C に調整してから投入した。

今回試験を行った配合を表 2 に示す。配合は重量%で表記している。JIS に規定された試験は、セメントの 25%を砕石粉で置き換えるものであり、16 種の砕石粉についてこの配合で試験した。さらに、砕石粉の配合比がどのように強度と流動性に影響を与えるかを調べるため、4 種類の砕石粉について、配合比を段階的に変えて試験を行った。砕石粉の配合方法としては、主にセメントを砕石粉で置き換える方法、細骨材を砕石粉で置き換える方法の 2 通りが考えられる。ここでは、セメントを置換する配合とし、セメントの 5, 10, 15w/w%を砕石粉で置き換えた。水セメント比は 0.5 で一定とした。

表 2 配合

配合比 (%)	セメント (g)	砕石粉 (g)	砂 (g)	水 (g)
0	450.0	0		
5	427.5	22.5		
10	405.0	45.0	1350 $\pm$ 5	225 $\pm$ 1
15	382.5	67.5		
25	337.5	112.5		

2.2 モルタルの練り混ぜ

強度試験用モルタル供試体の作製と評価試験は、JIS A5041「コンクリート用砕石粉」および JIS A6201「コンクリート用フライアッシュ」、JIS R5201「セメントの物理試験方法」に準じて行った。

練り混ぜの方法を以下に示す。始めに水、砕石粉、セメントをミキサ容器に投入し、30 秒間低速で練り混ぜた。その後 30 秒間で細骨材を投入し、高速に切り替えて更に 30 秒間攪拌した。パドルの回転を一旦停止し、羽根や容器に付いたモルタルを落とし、90 秒間静止した。高速で 60 秒間攪拌し、シャベルで 10 回かき混ぜ、ただちにフロー試験および圧縮強度試験用の供試体の成型を行った。

2.3 フロー試験

フロー試験はフレッシュコンクリートやフレッシュモルタルの流動性の指標となる試験である。フロー試験は、フローテーブルを用いて行い、12mm の落下運動を 1 秒間に 1 回の割合で 15 回与えた。計測は長い方とそれに直交する長さをノギスで測定した。フロー値比は、砕石粉を入れたモルタルのフロー値を砕石粉の入っていない基準モルタルのフロー値で除することで算出した。

2.4 圧縮強度試験用供試体の成型と養生条件

圧縮強度試験用の供試体の大きさは、40 $\times$ 40 $\times$ 150mm とした。テーブルバイブレータで振動を与えながら、最初の 15 秒間で型の半分までモルタルを投入した。次の 15 秒間は詰めるのを休止し、その後の 15 秒間で型の上面までモルタルを詰めた。そのまま 75 秒間振動を加え、ガラス板を載せて、約 3 時間後に余分なモルタルを擦り切った。脱型を 20 $\sim$ 24 時間後に行った。脱型したモルタルを 20 $\pm$ 1 $^{\circ}$ C にて 28 日間水中で養生した。

2.5 圧縮強度試験および曲げ強度試験

圧縮強度試験はアムスラー型材料試験機を用い、荷重面積は 40 $\times$ 40mm とし、荷重速度は約 2.4kN/s で行った。活性度指数は、砕石粉を入れたモルタルの圧縮強度を砕石粉を入れていない基準モルタルの強度で除することで算出した。

曲げ強度試験は島津製作所(株)製オートグ

ラフを用いて行った。曲げ試験は 3 点曲げにて行った。荷重速度は 0.5mm/min とし、支点間の距離は 100mm とした。

3 実験結果および考察

3.1 JIS 適合試験

16 種類の碎石粉において JIS に準じて行ったフロー試験、圧縮強度試験および曲げ強度試験の結果を表 3 に示す。

フロー値比の規定値は基準モルタルのフロー値に対して、90%以上とされている。試験の結果 90%以上となった試料は、16 試料中碎石粉 A と碎石粉 M の 2 試料であった。それぞれ 97, 99%であり、ほぼ基準モルタルと同程度であった。しかしながら、試験の対象とした碎石粉の多くが JIS の規定値から外れる結果となった。最も低いフロー値比を示した試料は碎石粉 D であり、62%であった。規定値に近い値を示した試料もあり、86~89%となる碎石粉が 3 試料あることがわかった。今回試験した碎石粉のフロー値比は、62~99%と比較

的幅広い値を取ることが明らかとなった。

活性度指数の規定値は、基準モルタルの圧縮強度に対して 60%以上とされている。試験の結果、活性度指数が 60%以上となった試料は、16 試料中 15 試料であった。活性度指数、ほとんどの碎石粉が規定値を満たすことがわかった。最も高い活性度指数を示した試料は碎石粉 M であり、74.0%であった。最も低い試料は碎石粉 P であり、57.9%であった。その他の試料はこの間に収まり、試料による違いは、フロー値比に比べ少ないことがわかった。また、曲げ強度は 10~30%低下することが明らかとなった。

JIS に規定される 5 項目全てにわたって見ると、規定値を満たす碎石粉は、16 試料中 2 試料であった。多くの試料で規定値から外れる項目は、湿分とフロー値比であった。湿分が規定値より外れた試料は 8 試料であり、フロー値比が規定値から外れた試料は 14 試料であった。

表 3 JIS 適合試験の結果²⁾

試料名	湿分 (%)	密度 (g/cm ³)	150μm ふるい残分 (%)	MB 吸着量 (mg/g)	フロー 値比 (%)	活性度 指数 (%)	曲げ 強度比 (%)	JIS 適合 の可否
碎石粉 A	0.69	2.68	0.90	7.63	97	73.5	88.0	○
碎石粉 B	1.20	2.67	4.62	8.10	88	69.5	82.3	×
碎石粉 C	0.97	2.62	4.21	11.1	71	64.7	85.8	×
碎石粉 D	2.18	2.51	0.15	14.6	62	66.9	82.4	×
碎石粉 E	0.56	2.76	0.19	7.49	89	70.9	90.4	×
碎石粉 F	0.67	2.63	2.66	14.1	73	63.9	88.5	×
碎石粉 G	1.47	2.53	0.63	6.30	75	66.8	82.3	×
碎石粉 H	1.43	2.60	1.26	13.4	79	66.8	87.1	×
碎石粉 I	0.68	2.65	0.77	8.90	76	66.8	80.6	×
碎石粉 J	0.81	2.66	0.46	8.36	73	67.8	82.8	×
碎石粉 K	1.62	2.58	0.50	7.70	86	66.0	80.1	×
碎石粉 L	0.70	2.69	0.27	7.68	74	65.0	80.6	×
碎石粉 M	0.30	2.74	0.62	4.36	99	74.0	87.3	○
碎石粉 N	1.24	2.55	0.67	10.1	80	63.5	75.7	×
碎石粉 O	1.99	2.57	1.59	7.90	78	60.2	72.8	×
碎石粉 P	2.14	2.56	0.23	7.10	77	57.9	71.2	×

斜体は規定値から外れた値を示す

3.2 砕石粉置換率と活性度指数およびフロー値比の関係

3.1 の結果を基に 4 試料の砕石粉を選び出し、セメントの置換率を段階的に変化させた場合の圧縮強度試験とフロー試験を行った。

フロー試験の結果を図 2 に示す。砕石粉 A は、どの置換率においても最も高いフロー値比を示した。置換率 5% では、フロー値比が 98.7% であり基準モルタルと同程度とみられ、置換率 25% でも 95.3% であった。砕石粉 D は多くの置換率で最も小さいフロー値比となった。5% 置換でのフロー値比は 92% であり、25% 置換では 61% となった。4 試料とも、置換率とフロー値比の間には、線形性があるものと

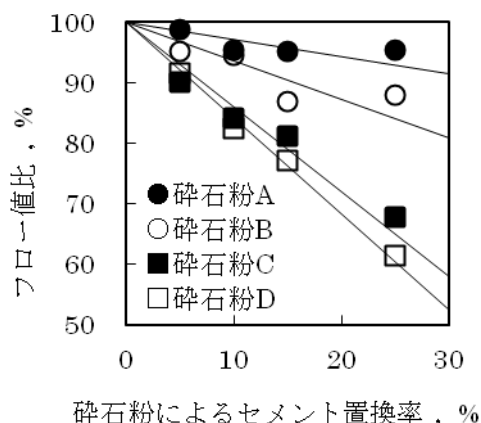


図 2 砕石粉によるセメント置換率とフロー値比の関係

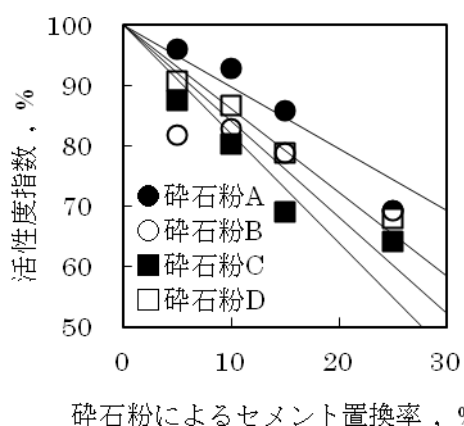


図 3 砕石粉によるセメント置換率と活性度指数の関係

考えられた。

圧縮強度試験から算出した活性度指数を図 3 に示す。砕石粉 A は、すべての置換率で最も高い強度を示した。5%の置換で 96.0%，25%の置換では 69.2%であった。砕石粉 C は多くの置換率で最も低い強度となった。5%の置換では 87.6%，25%の置換では 64.2%であった。砕石粉によるセメント置換率と活性度指数の間にも線形性があるものと考えられた。

今回の試験結果より、特にフロー値比が低下する砕石粉が多くみられた。そこで低下の原因を形状から探るために、電子顕微鏡による粒子形状の観察とレーザー回折法による粒度分布の測定を行った。砕石粉 A と砕石粉 C の電子顕微鏡写真を図 4、5 に、粒度分布の測定結果を図 6 に示す。電子顕微鏡での観察の結果、砕石粉 A は砕石粉 C に比べて角張った形状の粒子が確認された。一方、砕石粉 C からは砕石粉 A には見られない 1μm 程度の扁平な粒子が観察された。粒度分布の結果を見ると、砕石粉 A は 70μm にピークが認められるのに対し、砕石粉 C では 5μm と 50μm にピークが見られる。砕石粉 C は砕石粉 A に比べ、細かな粒子を多く含んでいるものと言える。扁平な粒子は、転がりにくいと考えられるため、フロー値比を低下させるものと思われる。

次にフロー値低下の原因を鉱物組成から考える。鉱物組成を X 線回折により分析したところ、砕石粉 A は長石のみが同定されたのに対し、砕石粉 C は石英、長石、雲母、緑泥石が同定され、粘土鉱物を含むことがわかっている²⁾。また、MB 吸着量は粘土鉱物の量の指標になると言われる。MB 吸着量とフロー値比の相関係数を 16 試料から求めたところ、-0.63 となり相関が認められた。MB 吸着量が大きい試料ほどフロー値比が低下する傾向があると考えられる。添加した水を吸水量の大きい粘土鉱物が保持してしまい、フロー値比が低下したことが疑われる。

凝集剤が添加されていることなどから、一概に原因を特定することはできないが、粒子形状や粘土鉱物の量の違いがフロー値低下の原因となっているものと考えられる。

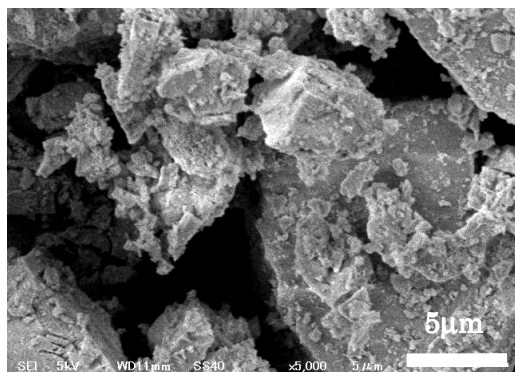


図4 砕石粉 A の電子顕微鏡写真

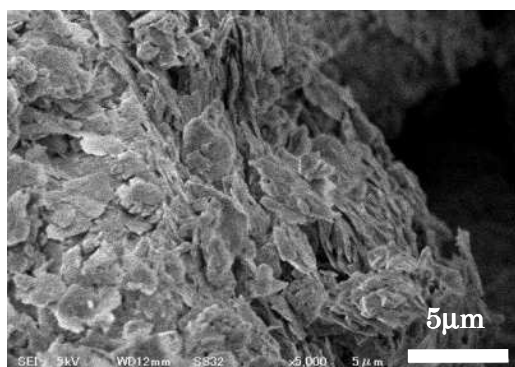


図5 砕石粉 C の電子顕微鏡写真

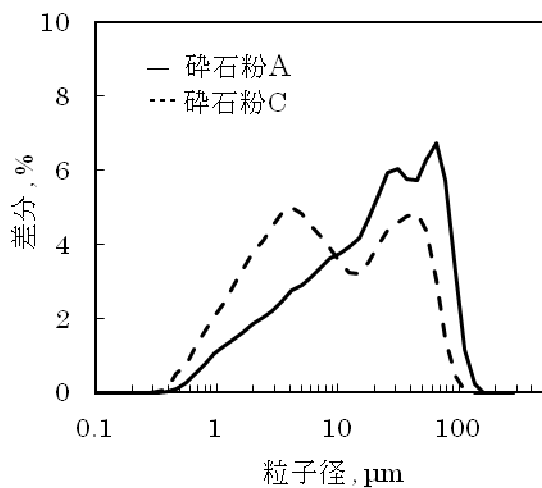


図6 粒度分布

4 結 言

碎石粉等の副産物の有効利用を図るため、コンクリート原料としての基礎的な性状について検討したところ、以下のとおりであった。

- 1) フロー値が JIS の規定値内に入る碎石粉は、16 試料中 2 試料であることがわかつ

た。この 2 試料は、セメントの 25%を碎石粉で置き換えてもフロー値比が 97 および 99%となり、セメントのみの配合と流動性が同等であることが明らかとなった。

- 2) 活性度指数が JIS の規定値内に入る碎石粉は、16 試料中 15 試料であることがわかった。試料間による圧縮強度の違いは比較的小さいことがわかった。
- 3) JIS に規定される 5 項目すべてを満たした碎石粉は 16 試料中 2 試料であった。
- 4) フロー値比が大きく低下した碎石粉と低下が小さい碎石粉とでは、粒子形状や粘土鉱物に違いがみられた。

文 献

- 1) TR A0015:コンクリート用碎石粉 (2002) (廃止).
- 2) 豊田匡曜, 藤野知樹: 山形県工業技術センター報告, No.41 (2009) 38.

界面前進凍結濃縮・膜分離複合法による新規の果実香料素材開発

【新たな農林水産政策を推進する実用技術開発事業】

飛塚幸喜 安食雄介 野内義之 宮脇長人* 小林康弘** 佐藤文隆***

Development of New Fruits Flavor by Progressive Freeze-concentration and Membrane Separation

Koki TOBITSUKA Yusuke AJIKI Yoshiyuki NOUCHI Osato MIYAWAKI*
Yasuhiro KOBAYASHI** Fumitaka SATOH***

1 緒 言

食品の美味しさを左右する要素には味、香り、食品テクスチャー、温度、形および色などがあるが、なかでも「香り」は最も重要な要素の1つである。風邪をひくなどして鼻が詰まった状態では食べ物があまり美味しく感じられないことは、日常的にもしばしば経験することである。また、ショ糖水溶液にイチゴの香りを付加すると甘みがより強く感じられ、レモンの香りを付加すると甘みがやや弱く感じられたとする興味深い報告もある¹⁾。

山形県工業技術センターではこれまで果実の香りに関する様々な研究を行い^{2)~11)}、西洋ナシ（ラ・フランス）果実の香りを損なうことなく粉末状に加工した新しい食品素材「ラ・フランスパウダー」の開発などにも取り組んできた^{12), 13)}（図1）。これはシクロデキストリンに果実の香气成分を保持させて粉末化したもので、業務用の食品素材として商品化され自然な香りと味が好評を博している。本取り組みを通して、天然果実由来の自然な香りが消費者に好まれ、これを備えた食品素材に対する企業ニーズが高いことを認識した。

そこで我々は、様々な果実から香り成分を採

取し、これを香料素材として活用することを発案した。食の安全・安心への関心が従来にも増して高まってきている昨今、化学合成品ではない天然物由来の香り素材は消費者に訴求すると考えたからである。

本報告では、果実香气成分採取濃縮法の検討ならびに、採取した果実香气成分を活用した新規果実香料の開発について紹介する。

2 実験方法

2.1 供試材料

ラ・フランス、モモまたはリンゴ果汁を減圧蒸留して採取した凝縮水、または果汁を芳香回収装置に供して採取した回収香水溶液を試験に用いた。

2.2 界面前進凍結濃縮

香气成分水溶液（180mL）を試料容器（円筒形、内径約 50mm、高さ約 180mm）に入れた。試料液をプロペラ型攪拌羽根で攪拌（700rpm）しながら、試料容器を恒温水層（-15℃）中に毎時 5mm の速度で沈降させた。約 17 時間経過後、凍結せずに残った液を採取した。この時の試料水溶液の濃縮倍率は体積比でおよそ 11 から 12 倍であった。

2.3 逆浸透膜濾過濃縮

バッチ式平膜テストセル（C40-B 型、日東電工株式会社製）に試料水溶液を入れ、マグネチックスターラーで攪拌（1000rpm）しながら芳香族ポリアミド系逆浸透膜（平膜型、直径 75mm）で濾過した。濾過圧力は 2.9 または 4.0MPa とし濃縮倍率は体積比で 10 倍とした。



図1 ラ・フランスパウダー

*石川県立大学生物資源環境学部食品科学科 **株式会社果香 ***山形食品株式会社

表 1 ラ・フランス果実の香気成分含量

	(mg/kg)	(%)
Hexanal	2.2 ± 0.08	2.1
Methanol	0.5 ± 0.07	0.5
Ethanol	68.8 ± 15.9	65.8
Propanol	1.4 ± 0.23	1.3
2-methyl-1-propanol	0.3 ± 0.03	0.3
Butanol	12.0 ± 0.99	11.5
2-methyl-1-butanol	0.2 ± 0.02	0.2
Pentanol	0.2 ± 0.05	0.2
Hexanol	2.4 ± 0.18	2.3
Ethyl acetate	2.4 ± 0.44	2.3
Propyl acetate	0.2 ± 0.05	0.2
Butyl acetate	10.1 ± 0.68	9.7
Pentyl acetate	0.2 ± 0.02	0.2
Hexyl acetate	5.9 ± 0.82	5.6
合計	105 ± 17.8	100.0

平均値±標準偏差 (n=3)

2.4 香気成分の定量

果実香気成分の定量にはガスクロマトグラフ装置を用いた（GC-17A 型、株式会社島津製作所製）。ラ・フランスおよびリンゴ果実香気成分の定量では試料水溶液のエーテル抽出物、モモ果実香気成分の定量では試料水溶液のヘッドスペースガスを採取して分析した。

3 実験結果および考察

3.1 果実香気成分の採取について

果皮部に多くの香気成分（精油）を含む柑橘類を例外として、果実に含まれる香気成分は一般に少なく、果実中での濃度は高いものでも数百 mg/kg 程度、低いものでは 1μg/kg 以下である。西洋ナシ（ラ・フランス）の場合、果実香の鍵成分である¹⁴⁾ 酢酸ブチルおよび酢酸ヘキシルの果実中での濃度はわずか 10 および 6mg/kg 程度である¹⁵⁾（表 1）。またモモ果汁を減圧蒸留して得られる凝縮水中の香気成分濃度を測定したところ、最も多く含まれる成分（γ-デカノラクトン）でも約 1mg/L であった¹⁶⁾。

よって果実から香気成分を採取して産業的に利用するためには、香気成分を低コストで効率よく抽出、濃縮する手法の確立が鍵となる。

香気成分を産業的規模で濃縮する手法としては蒸留、凍結濃縮および膜分離などが考えられるが、現在、果実香気成分の濃縮には「芳香回収装置」とよばれる蒸留装置がよく用いられている。これはイチゴ、リンゴ、パイナップルなど様々な果実で使われ¹⁷⁾、採取された香気成分は香りを補うため果汁飲料などに添加したり、香料の原料などとして利用される。しかし、本装置は洗浄に大きな手間がかかり投入する果実の種類を変える際にコンタミネーションが発生しやすいことや、加熱に伴い香気成分が熱変成する危険性があるなどの弱点もある。

3.2 果実香気成分濃縮法の検討

我々は非加熱操作である凍結濃縮と膜分離、とくに界面前進凍結濃縮に着目して果実香気成分の濃縮を試みた。試験対象にはラ・フランス、モモおよびリンゴ果実を用いた。

表 2 にラ・フランス果汁、ラ・フランス果汁を減圧蒸留して得られた凝縮水（以下、凝縮水）および凝縮水を界面前進凍結濃縮した濃縮液（以下、凍結濃縮液）に含まれる主な香気成分の濃度を示す。なお回収率（%）は、凝縮水ではラ・フランス果汁から凝縮水に移行した香気成分の割合を示し、凍結濃縮液では凝縮水から凍結濃縮液に移行した香気成分の割合を示す。

表 2 に結果を示した凝縮水の界面前進凍結濃縮試験では、180mL の凝縮水から 15.6mL の凍結濃縮液が得られた。よって体積比（180/15.6）で約 11.5 倍に濃縮された計算となる。凍結濃縮液の香気成分濃度と凝縮水の香

表 2 ラ・フランス果汁、凝縮水および凝縮水凍結濃縮液の香気成分濃度

	K. I.	ラ・フランス果汁	凝縮水		凝縮水凍結濃縮液	
		(mg/L)	(mg/L)	回収率 (%)	(mg/L)	回収率 (%)
1-Propanol	563	5.3	6.3	93.8	69.8	95.6
Butylaldehyde	595	<1	<1	—	2.1	—
Ethyl acetate	620	13.6	2.7	15.7	27.2	86.7
2-Methyl-1-propanol	634	<1	<1	—	6.1	—
1-Butanol	669	21.8	25.6	92.6	276.3	93.5
2-Methyl-1-butanol	744	<1	<1	—	7.4	—
1-Pentanol	772	<1	<1	—	<1	—
Hexylaldehyde	804	<1	<1	—	3.0	—
Butyl acetate	814	13.6	1.4	8.3	15.1	91.6
1-Hexanol	870	2.3	2.4	83.8	26.8	95.8
Pentyl acetate	912	<1	<1	—	<1	—
Hexyl acetate	1008	10.3	2.0	15.2	20.2	88.4

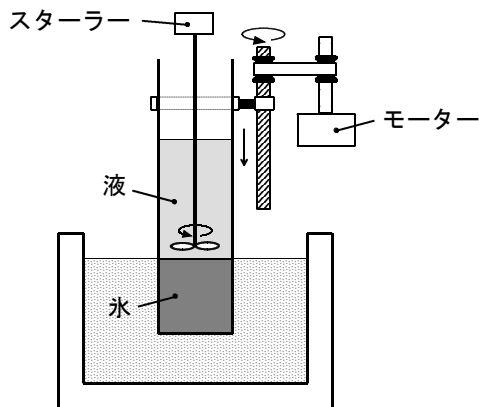


図2 界面前進凍結濃縮装置

気成分濃度とを比較すると、凍結濃縮液では酢酸エチルの濃度が約 10.0 倍、酢酸ブチルが約 10.6 倍、1-ブタノールが約 10.8 倍、1-ヘキサノールが約 11.1 倍など、概ね 10 から 11 倍前後の濃度となり、前述の計算値 (11.5 倍) と近い値となった。凍結濃縮液の回収率 (%) も、多くの成分で概ね 90%前後となり香氣成分は効率よく濃縮されることがわかった。なお凝縮水および凍結濃縮液はともにラ・フランス香を有していた。本試験では 1 回の濃縮操作で約 12 倍に濃縮されたが、本操作における成分の損失はわずかであるため、濃縮操作を複数回繰り返すことによりさらに濃縮率を上げることも可能と考えられる。参考として試験に用いた界面前進凍結濃縮装置の概念図を図 2 に示す。

表 3 にモモ果汁を減圧蒸留して得られた凝縮水および凝縮水を界面前進凍結濃縮した凍結濃縮液の主な香氣成分濃度ならびに香氣成分の濃縮倍率を示す。モモの香氣成分は γ -ラクトン類、 δ -デカノラクトンなどのラクトン類の存在が特徴で、なかでも γ -デカノラクトンが多く含まれるといわれる^{18), 19)}。表 3 に示した 10 成分のなかでも γ -デカノラクトンの濃度が最も高く、凝縮水で 1110 $\mu\text{g/L}$ であった。その他の成分では、(*E*)-2-ヘキセン-1-オール、1-ヘキサノール、(*Z*)-3-ヘキセン-1-オール、(*Z*)-3-ヘキセニルアセテート、ベンズアルデヒドなどの濃度が高かった。これらは過去の報告^{20)~23)}においても、一般にモモ果実に多く含まれる香氣成分であるといわれている。

表 3 に結果を示した凝縮水の界面前進凍結濃縮試験では、180mL の凝縮水から 15.5mL

表 3 モモ果汁凝縮水、凝縮水凍結濃縮液の香氣成分濃度および濃縮倍率

	K. I.	凝縮水 ^a ($\mu\text{g/L}$)	凝縮水凍結濃縮液 ^b ($\mu\text{g/L}$)	濃縮倍率 (b/a)
Hexyl acetate	1283	12.1	70.5	5.82
(<i>Z</i>)-3-Hexenyl acetate	1329	44.5	388	8.71
1-Hexanol	1368	99.3	1120	11.3
(<i>E</i>)-3-Hexen-1-ol	1379	<10	14.3	—
(<i>Z</i>)-3-Hexen-1-ol	1399	75.2	730	9.70
(<i>E</i>)-2-Hexen-1-ol	1421	249	2920	11.7
Benzaldehyde	1561	43.2	499	11.5
γ -Octanolactone	1944	<10	1220	—
β -Ionone	1966	<10	26.0	—
γ -Decanolactone	2176	1110	9150	8.21

表 4 ラ・フランス、モモ果実の果汁および凝縮水の浸透圧

	果汁	凝縮水
ラ・フランス	2.28	5.33×10^{-2}
モモ	1.28	7.19×10^{-2}
	(MPa)	

の凍結濃縮液が得られた。よって体積比 (180/15.5) で約 11.6 倍に濃縮された計算となる。これに対して(*E*)-2-ヘキセン-1-オール、ベンズアルデヒドおよび 1-ヘキサノールの濃縮倍率はおおよそ 11 から 12 倍、(*Z*)-3-ヘキセン-1-オール、(*Z*)-3-ヘキセニルアセテートおよび γ -デカノラクトンの濃縮倍率はおおよそ 8 から 10 倍程度となり、前述の計算値 (11.6 倍) と比較的近い値となった。酢酸ヘキシルの濃縮倍率は計算値の半分程度 (5.82 倍) と低かったが、これは酢酸ヘキシルの濃度が低く、試験操作中に揮散や吸着などにより失われたためと推察された。なお凝縮水、凍結濃縮液ともにモモ果実を想起させる香りを有していた。

これまでに報告された、飲料やその他の水溶液の界面前進凍結濃縮試験では、濃縮倍率が 2 から 3 倍程度のものが多い (トマトジュース 2.3 倍、コーヒー 2.9 倍、8.9%ショ糖水溶液 2.3 倍²⁴⁾、濃縮海洋深層水 2.3 倍²⁵⁾など)。これに対して、本研究ではこれらの報告を大きく上回る濃縮倍率 (約 12 倍) を達成したうえ、氷に取り込まれた溶質量もごくわずか (数%) であり、極めて効率よく濃縮することができた。界面前進凍結濃縮では、試料溶液の浸透圧が高いほど氷晶層に溶質が取り込まれやすいことが知られている^{26), 27)}。そこでラ・フランス果実、モモ果実の果汁および凝縮水の浸透圧を測定し



図3 ラ・フランスエッセンス香料

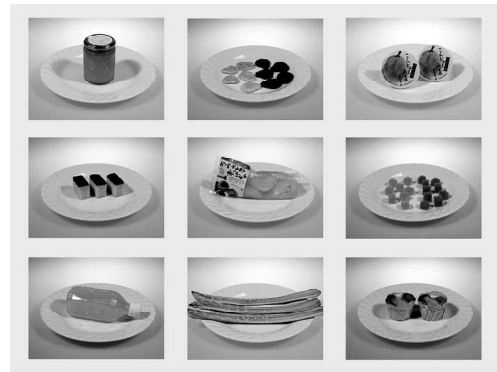


図5 試作食品の例 1



図4 試作食品展示会の様子

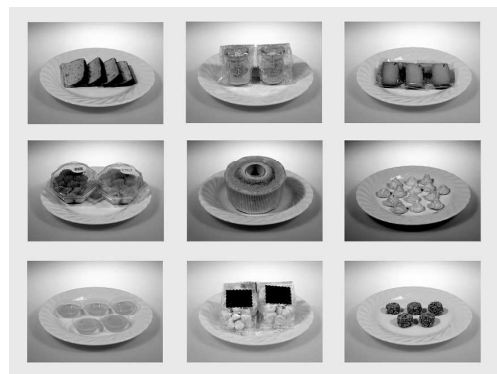


図6 試作食品の例 2

たところ、両果実とも凝縮水の浸透圧は低く、ラ・フランス果実では果汁のおよそ 43 分の 1、モモ果実ではおよそ 18 分の 1 であった(表 4)。これは果汁の溶質の大部分を占める糖類や有機酸類が蒸留により分離され、凝縮水には含まれないためである。本試験では凝縮水の浸透圧が低いため、溶質が氷にほとんど取り込まれることなく効率よく濃縮されたものと考えられる。なおデータは省略するが、リンゴ果実を用いて行った試験でもラ・フランス、モモ果実と同様に良好な結果が得られている²⁸⁾。以上のことから、凝縮水のような浸透圧の低い試料の濃縮において界面前進凍結濃縮は極めて有効な手法であると考えられた。

一方、膜分離による果実香気成分の濃縮試験では、芳香族ポリアミド系逆浸透膜を用いてラ・フランス果実、モモ果実およびリンゴ果実の凝縮水等の濃縮を試みた。各果実の主な香気成分(エステル、アルデヒド、アルコールおよびラクトン類など計 29 種類)の溶質阻止率を測定したところ、多くの成分で 80 から 90%前後となり比較的効率よく濃縮できることがわかった^{29)~31)}。上述したとおり凝縮水の浸透圧は低

いため、逆浸透膜による濃縮に適していたものと考えられる。

3.3 果実香料の開発

以上の研究をもとにして、ラ・フランス、モモおよびリンゴなどの果実から香気成分を産業規模で採取、濃縮する手法を確立した。また香料メーカーとも連携して、ラ・フランス果実の香気成分濃縮物を原料とした新しい液体香料を開発した^{32), 33)}(図 3)。ラ・フランス果実から抽出した天然のエッセンスを原料とした香料は、これまでにないユニークな商品である。

開発香料の市場性を調べるため、食品メーカー(計 19 社)に開発香料を応用した加工食品の試作を依頼し、試作食品を一同に集めた展示会を開催した(平成 23 年 2 月 24 日、山形市にて開催、図 4)。開発香料に対する食品メーカーの評価は高く、試作食品に対する来場者(一般消費者、業界関係者など)の評価も「香りが自然だ」など好意的なものが多数を占めた。図 5, 6 に試作食品の一例を示す。

開発したラ・フランス液体香料は平成 23 年 4 月より販売を開始しており、平成 23 年 9 月現在、これを活用した加工食品や飲料約 10 品目

が既に市販されている。

4 結 言

様々な果実から香気成分を採取し、これを香料素材として活用することを目指して研究を行った。香気成分には熱に不安定なものも多いため、非可熱操作である凍結濃縮および膜分離、とくに界面前進凍結濃縮法に着目して種々の検討を行った。

西洋ナシ（ラ・フランス）、モモおよびリンゴ果実から蒸留などにより香気成分水溶液を採取し、これを界面前進凍結濃縮（約 11 倍濃縮）したところ、多くの香気成分の回収率が 9 割前後となり極めて効率よく濃縮できることがわかった。また、同じ試料を逆浸透膜濾過濃縮したところ、多くの香気成分で溶質阻止率が 80 から 90%前後となり、同様に効率よく濃縮できた。ラ・フランス果実およびモモ果実の香気成分水溶液の浸透圧を測定したところ、両果実とも果汁のおよそ数十分の一程度であった。香気成分水溶液の浸透圧が低いため、香気成分が効率よく濃縮されたものと考えられた。

これらの技術を応用して採取したラ・フランス果実香気成分を原料とした新しい香料を開発した。開発香料に対する食品メーカーや消費者の評価は高く、これを活用した食品や飲料などが既に商品化されている。

文 献

- 1) 日本化学会編：味とにおいの分子認識，学会出版センター，1999，151 頁．
- 2) 飛塚幸喜：食品の試験と研究，37 (2002) 46.
- 3) K. Tobitsuka, M. Miura, S. Kobayashi: J. Agric. Food Chem., 53 (2005) 5402.
- 4) K. Tobitsuka, M. Miura, S. Kobayashi: J. Agric. Food Chem., 54 (2006) 5069.
- 5) 飛塚幸喜，安食雄介，野内義之：日食工誌，10 (2009) 155.
- 6) 飛塚幸喜，安食雄介，野内義之，早川喜郎，神谷勇一郎，宮脇長人：日本食品工学会大会講演要旨集，2009，23 頁．
- 7) 飛塚幸喜，安食雄介，野内義之，宮脇長人：日本食品工学会大会講演要旨集，2009，24 頁．
- 8) 飛塚幸喜，安食雄介，野内義之，宮脇長人：日食工誌，11 (2010) 31.
- 9) 飛塚幸喜，安食雄介，野内義之：日本食品工学会大会講演要旨集，2010，82 頁．
- 10) 飛塚幸喜，安食雄介，野内義之，宮脇長人：日本食品工学会大会講演要旨集，2010，83 頁．
- 11) 飛塚幸喜，安食雄介，野内義之，小林康弘，石川千暁，宮脇長人：日本食品工学会大会講演要旨集，2011，121 頁．
- 12) 飛塚幸喜：食品と技術，2008，18 頁．
- 13) 飛塚幸喜：食品と開発，43 (2008) 70.
- 14) 飛塚幸喜：農化，77 (2003) 762.
- 15) 飛塚幸喜，三浦靖，小林昭一：日本農芸化学会大会講演要旨集，2007，135 頁．
- 16) 飛塚幸喜，安食雄介，野内義之，宮脇長人：日食工誌，11 (2010) 141.
- 17) 清水純夫，角田一，牧野正義：食品と香り，光琳，2004，120 頁．
- 18) 藤巻正生，服部達彦，林和夫，荒井綜一：香料の事典，朝倉書店，1991，142 頁．
- 19) 日本香料協会編：香り百科事典，朝倉書店，2006，592 頁．
- 20) G. R. Takeoka, R. A. Flath, M. Guntert, W. Jennings: J. Agric. Food Chem., 36 (1988) 553.
- 21) N. Narain, T. C. Y. Hsieh, C. E. Johnson: J. Food Sci., 55 (1990) 1303.
- 22) R. J. Horvat, G. W. Chapman, Jr., J. A. Robertson, F. I. Meredith, R. Scorza, A. M. Callahan, P. Morgens: J. Agric. Food Chem., 38 (1990) 234.
- 23) N. Kakiuchi, A. Ohmiya: J. Japan. Soc. Hort. Sci., 60 (1991) 209.
- 24) O. Miyawaki, L. Liu, Y. Shirai, S. Sakashita, K. Kagitani: J. Food Eng., 69 (2005) 107.
- 25) 湯場亮，宮脇長人：日本農芸化学会大会講演要旨集，2009，69 頁．
- 26) X. Gu, M. Watanabe, T. Suzuki, O. Miyawaki: Food Sci. Technol. Res., 14 (2008) 249.
- 27) X. Gu, T. Suzuki, O. Miyawaki: J. Food Sci., 70 (2005) 546.

- 28) 飛塚幸喜, 安食雄介, 野内義之, 小林康弘, 石川千暁, 宮脇長人: 日本食品工学会大会講演要旨集, 2011, 121 頁.
- 29) 安食雄介, 飛塚幸喜, 野内義之, 小林康弘, 石川千暁: 日本食品工学会大会講演要旨集, 2009, 25 頁.
- 30) 安食雄介, 飛塚幸喜, 野内義之, 小林康弘, 石川千暁: 日本食品工学会大会講演要旨集, 2010, 84 頁.
- 31) 安食雄介, 飛塚幸喜, 野内義之, 小林康弘, 石川千暁: 日本食品工学会大会講演要旨集, 2011, 122 頁.
- 32) 食品化学新聞社: 月刊フードケミカル, 27 (4) (2011) 78 頁.
- 33) 日本食糧新聞社: 月刊食品工場長, 15 (3) (2011) 15 頁.

抗ピル性の高い防縮羊毛糸の開発

【山形県ものづくり企業技術開発支援共同研究事業】

平田充弘 小関隆博 尾形広行* 日比野伸* 佐藤功一*

Development of Wool Yarn with Anti-shrinking and Anti-pilling

Mitsuhiro HIRATA Takahiro KOSEKI

Hiroyuki OGATA* Makoto HIBINO* Kouichi SATOU*

1 緒 言

繊維工業では羊毛とウールは同義語とされる。しかし、本来野生の羊には産毛(ウール)と直毛(ヘア)があって、メリノ種などの羊は品種改良によってほぼ全体が産毛となったのが実状である¹⁾。このメリノウールは繊維の太さによって格付けされ、特に 20 μm 以下は最高級素材として用いられる。

羊毛の主な特徴は 7 つに大別される(保温性、吸湿性、弾力性、難燃性、染色性、防汚性、フェルト性)²⁾。水洗いによる収縮はフェルト性に関係し、収縮を低減するための取り組みが古くから様々行われている。その中でも、現在有力とされるのがハーコセット法である。本法は塩素処理により羊毛の表皮組織を破壊した後、ナイロン系樹脂を被覆して行う³⁾。しかし、欠点としてピリングに対する低減効果(抗ピル性)があまりないことが挙げられる。

ピリングとはセーターなどに毛玉が発生することである。フェルト化が湿潤状態で起こるのに対し、ピリングは乾燥状態で起こるため両者の発生機構は異なる。防縮性の高い羊毛が必ずしも抗ピル性も高いと限らないのはこのためと考えられる。現在、化合繊では抗ピル性に効果のある樹脂加工剤が流通しているが⁴⁾、羊毛で明確に効果がある加工剤は少ない。これは、羊毛のケラチン皮質由来の挙動(フェルト化、捲縮、吸湿伸張など)が、樹脂を用いた繊維間の橋架けによる点接着では制御が難しいためと考えられる。

現在、羊毛で抗ピル性に効果があるのは酸化剤⁵⁾や酵素⁶⁾を用いる方法である。本法で改質

された羊毛は、摩擦を受けると繊維が交絡してピル(毛玉)あるいはピルとなる前の毛羽として脱落する。しかし、加工条件が行き過ぎると、脆化により毛羽の付着量が増加したり生地が破断し易くなったりする。特に、繊維の太さが細いとピリングが起こりやすいく脆化されやすいため、極細糸で抗ピル性と防縮性を同時に達成することは容易でない。本報告では、これらを達成するため酸化剤を用いて極細羊毛糸の改質加工に取り組んだ結果を述べる。

2 実験方法

2.1 供試材

毛紡績は 20.5 μm のメリノウールを仏式前紡、リング精紡を経て行い、2/48 梳毛糸とした。改質処理は噴射式総染機にて酸化剤に関東化学製ペルオキソー硫酸カリウム($2\text{KHSO}_5 \cdot \text{KHSO}_4 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4$)を用いて行った。試験用編地は、全自動横編機を用い 14 ゲージ 1 本取り平編組織にて編成した。

2.2 評価方法と測定機器

羊毛の側面は 90 Pa 下、環境制御型電子顕微鏡、FEI 製 Quanta 400 にて観察した。加工糸の伸び率は JIS L 1095 に準拠し、定速伸長形引張試験機にてつかみ間隔 50 cm、引張速度 30 cm/分にて試験回数 20 回の平均値から求めた。加工糸の繊維損傷度は JIS L 1081 アルカリ溶解度に準拠して 0.1N 水酸化ナトリウム溶液処理前後の絶乾質量割合(%)から求めた。羊毛の赤外分光スペクトルは Perkin Elmer 製 SYSTEM2000 を用い、ATR 法にて求めた。編地の破裂強さはミューレン低圧形試験機を用い

*株式会社 ランオ

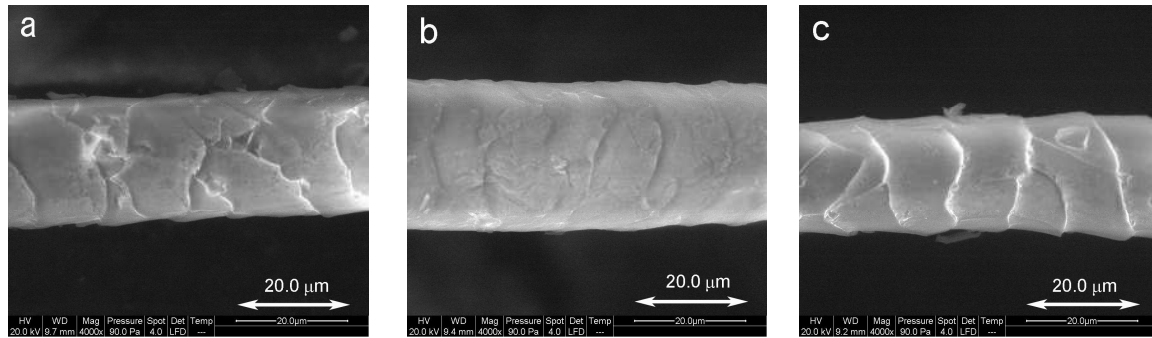


図 1 各種羊毛の SEM 観察写真 (a 酸化剤による改質, b ハーコセット法, c 未処理)

15 cm 四方の編地に均一に張力を加えて圧力を加え、ゴム隔膜が試験片を突き破る強さと破断時のゴム隔膜の強さの差から求めた。編地の洗濯による寸法変化は 40 cm 四方の試料 2 枚を重ねて縁をかがり縫いした後、洗いは JIS L 0217 の 104 法 10 回分(洗濯 50 分, すすぎ 40 分), 測定は JIS L 1096 G 法にてたておよびよこ方向それぞれ 3 区間の平均値から求めた。編地の抗ピル性は ICI 形試験機, 大栄科学製 PS を用い JIS L 1076 A 法によりピリング試験用ゴム管 4 本に生地を巻き付け, コルク板を内張した回転箱に入れ 60 回転/分にて 5 時間操作した後, 標準写真との比較により判定した。編地の剛軟度は上野山機工(株)製ダイアップのフウアイメーターを用い, JIS L 1096 E 法(ハンドルオメーター法)によりスリット幅 10 mm にて生地の表裏のコースおよびウエールの 4 方向の和から求めた。編地の毛羽付着性は(財)日本繊維製品品質技術センター(QTEC)試験法(QTEC-TM12)に準拠し, セロハンテープを専用の重錘に巻き付け 5 箇所を貼付し, 判定用スケールを用いて等級付けした。

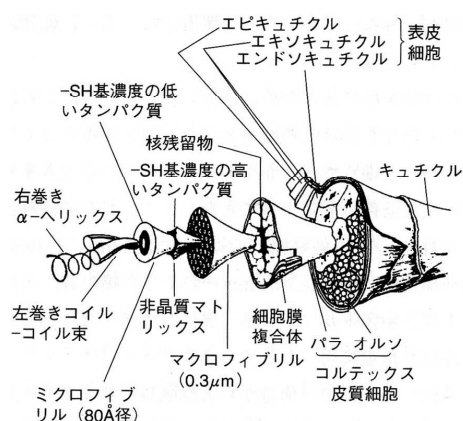


図 2 羊毛組織の構造⁷⁾

3 実験結果および考察

ハーコセット法による羊毛の防縮加工は, ジクロロイソシアヌル酸塩(DCCA)を用いて前処理した後, アジピン酸とジエチレントリアミンを重縮合して得られるポリマーにエピクロロヒドリンを反応させて得た塩素化ナイロン系樹脂で後処理することで行う³⁾。ハーコセット法により改質した羊毛は, 前処理により鱗状の表皮(スケール)がほぼ無くなっている(図 1 b)。また, 繊維間に目立った橋架け状の樹脂もないことから, ナイロン系樹脂が内部浸透ならびに表面被覆された可能性が高いと考えられる。

酸化剤を用いて改質した羊毛は, 部分的に剥離が認められるが大部分のスケールは残っている(図 1 a)。ペルオキソー硫酸カリウムはシスチン部位を選択的に酸化する⁵⁾。このシスチンは表皮細胞のエキシキューチクル(図 2⁷⁾)に多く含まれることから(約 35%)⁸⁾, スケールの剥離はエキソキューチクルが損傷して起きた可能性が

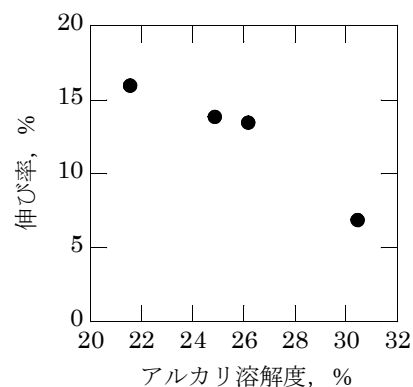


図 3 酸化剤を用いて改質した羊毛糸のアルカリ溶解度と伸び率

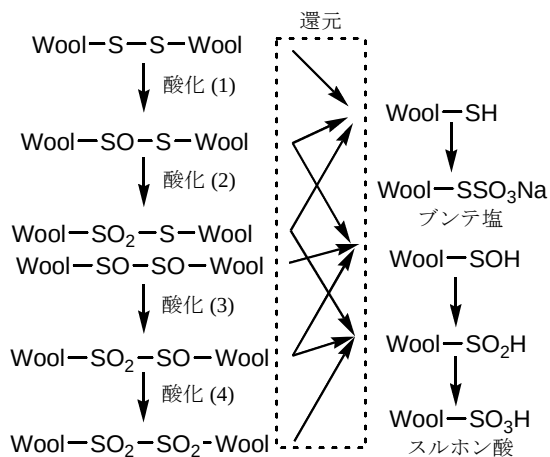


図4 シスチン部位の段階的酸化と還元

高いと考えられる。図3に酸化剤を用いて改質した羊毛糸のアルカリ溶解度と伸び率の関係を示す。酸化剤の量を増加すると羊毛糸のアルカリ溶解度は大きくなった。過酸化水素を用いた羊毛の漂白ではアルカリ溶解度がシステイン酸含有量と直線的な関係を示すが⁹⁾、同様の傾向を示した。アルカリ溶解度が上昇すると加工糸の伸び率は減少し、30%を超えると伸び率が8%以下になった。抗ピル性と可編性を両立するにはアルカリ溶解度を20%台でとどめるのが望ましいと考えられる。

シスチンの硫黄原子の価数は酸化により0価から2価、4価と変化するが、スルフィド結合(—S—S—)は2分子でできているため4段階で酸化が進むと推測される¹⁰⁾(図4)。また、酸化剤で処理した後にピロ亜硫酸ナトリウムで還元処理を行うと、ジスルフィドまたはその酸化物は結合が切断されブンテ塩($\text{—SSO}_3\text{Na}$)またはスルホン酸($\text{—SO}_3\text{H}$)が生成する。実際、酸

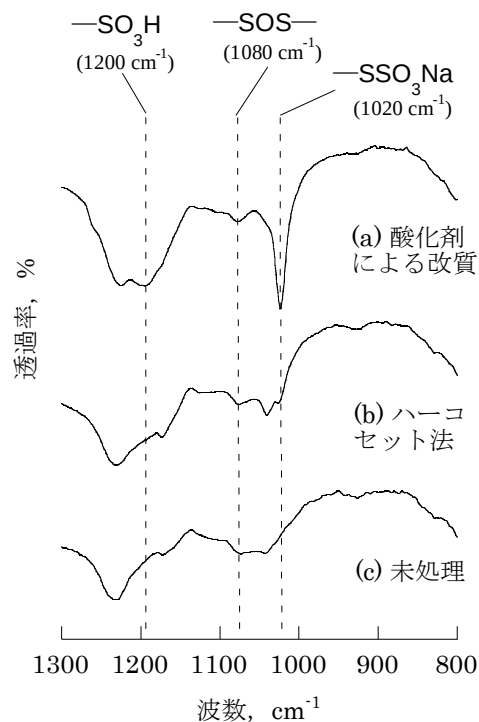


図5 各種羊毛の赤外分光スペクトル

化剤を用いて改質した羊毛の赤外分光スペクトルには1020, 1200 cm^{-1} 付近にそれぞれブンテ塩とスルホン酸の大きな吸収が確認できた(図5 a)。一方、1080 cm^{-1} 付近のスルホキシド(—SOS—)の吸収は小さく、スルホン($\text{—SO}_2\text{S—}$)の吸収はほとんど確認できなかった。これは、シスチン部位の酸化が(1)または(2)の低次の段階で終了した後、還元されてブンテ塩またはスルホン酸になったためと考えられる。一方、ハーコセット法で改質加工した羊毛の赤外分光スペクトルには1020 cm^{-1} 付近の吸収はほとんどなく(図5 b)、シスチン部位に大きな化学変化が起きなかったことを示してい

表1 羊毛の改質加工と編地^aの特性

加工方法	破裂強さ ^b	アルカリ溶解度 ^c	寸法変化 ^d	抗ピル性 ^e	剛軟度 ^f	毛羽付着性 ^g
酸化剤	330 kPa	19.5 %	たて -0.2% よこ -8.9%	4級	0.9 N/mm	4級
ハーコセット法	332 kPa	14.4 %	たて -1.1% よこ -0.2%	1級	1.1 N/mm	5級
未処理	342 kPa	13.3 %	たて -28.1% よこ -11.5%	1級	0.7 N/mm	4-5級

^a 14G1本取り ^b JIS L 1096 A法(ミューレン形法) ^c JIS L 1081 繊維損傷度 ^d JIS L 1096 G法(パルセーター形家庭用電気洗濯機法) 洗い方: JIS L 0217 104法10回分 ^e JIS L 1076 A法(ICI形試験機を用いる方法) ^f JIS L 1096 E法(ハンドロオメーター法) ^g QTEC-TM12

る。

表 1 に羊毛の改質加工と編地の特性をまとめた。編地の破裂強さは改質加工することで低下したが、ウールマークの品質基準(325 kPa)を満たした。改質加工した編地の洗濯による寸法変化はたて、よともに-9%以内に収束した。ハーコセット法による改質加工ではスケールがほぼ除かれている上に樹脂で被覆されているため、湿潤状態におけるフェルト化が起きにくくなったと考えられる。一方、酸化剤による改質加工ではスケールが残っているが初期段階でフェルト化が進む時に毛羽として脱離したため、フェルト化が起きにくくなったと考えられる。これは、すすぎ洗いの時に毛羽の脱落が発生したことから確認できた。

抗ピル性は酸化剤により改質した羊毛が高かった。酸化剤により改質した羊毛にはピルの脱落が認められたのに対し、未処理やハーコセット法による改質ではほとんど脱落せず、生地表面に毛羽の乱れが生じた。酸化剤による改質では、摩擦によってピルが生じてもスケールが剥離しやすいため、表面への定着性が大きく低減したと考えられる。ピリングは生地に発生することから、発生要因は原料から糸、編成条件まで複合的に関与し、これらの因果関係を明らかにするのは容易でない。酸化剤による改質では、脱落したピルの形状が毛羽状になると抗ピル性が高くなることがわかった。

編地の風合いはドレープ性に大きく影響を受ける¹¹⁾。そこで、剛軟度を指標の一つとして測定したところ、未処理、酸化剤による改質、ハーコセット法の順に大きくなった。ハーコセット法で改質された羊毛は、ポリアミド樹脂の被覆のためやや粗硬になったと考えられる。毛羽付着性はハーコセット法で改質された羊毛が最も低かったが、いずれも 4 級以上であった。

編地の吸水性を JIS L 1907 に準拠して試験した結果、沈降法ではハーコセット法が約 11 分、未処理が約 90 分で沈降し、酸化剤は 2 時間でも沈降しなかった。バイレック法では 2 時間後、ハーコセット法が 93 mm、未処理が 16 mm 上昇したが、酸化剤では上昇しなかった。このことから、親水性の大きさは、ハーコセット法、未処理、酸化剤による改質の順に大きいといえる。ハーコセット法により改質した

羊毛は、ポリアミド樹脂の極性が羊毛より高いため、親水性が大きくなったと考えられる。酸化剤により改質した羊毛の疎水性がやや高くなったのは、未処理の羊毛は乾燥状態で閉じていたスケールが湿潤状態になると開くが⁸⁾、シスチン部位が酸化・還元されてブンテ塩に改質されたため非可逆的となり、スケールが閉じたままになったためと考えられる。このため、酸化剤による改質では吸湿伸張やセット性を残すためにも、酸化段階を低次の段階でとどめておくのが推奨される。

4 結 言

酸化剤を用いて極細羊毛糸の改質加工を行い、編地の特性評価や考察などを行った結果、以下の知見が得られた。

- 1) 酸化剤を用いて改質した羊毛は、加工条件を最適化することで、編地のピリングが 4 級、編地の洗濯による寸法変化が-9%以内となる。
- 2) 酸化剤による改質は、アルカリ溶解度を 20%台にとどめ、シスチンの酸化を低次の段階で還元させることで、編地の破裂強さ、吸水性、毛羽付着性などの低下を軽減できる。

文 献

- 1) 長澤則夫：加工技術，36(2001)362.
- 2) 梅原亮：繊維と工業，35(1979)155.
- 3) G. B. Guise, G. C. Smith: J. Appl. Polym. Sci., 30(1985)4099.
- 4) 小谷卓：加工技術，37(2002)638.
- 5) K. Reincke, F. Reinert: Melliand Textilber., 61(1980)95.
- 6) 安部一男，山澤君好，渡辺健：山形県工業技術センター報告，No.24(1992)41.
- 7) 福原基忠：やさしい繊維の基礎知識 第 2 章繊維とは，繊維学会編：2004，40 頁.
- 8) 長澤則夫：加工技術，37(2002)136.
- 9) J. Cegarra, J. Gacen, M. Caro: J. Soc. Dyers Colour., 94(1978)85.
- 10) J. Nachtigal, C. Robbins: Text. Res. J., 40(1970)454.
- 11) 山沢君好，石沢恒彬，向俊弘：山形県工業技術センター報告，No.22(1990)26.

可搬型スマートセンサを用いた電力等測定（技術支援事例）

【平成22年度低炭素社会適用型製造業競争力強化事業】

多田伸吾 近尚之 高橋勝弘 叶内剛広 海老名孝裕 森谷茂

Electric Power Measurement by Movable Smart Sensor

Shingo TADA Naoyuki KON Katsuhiko TAKAHASHI Takehiro KANOUCHI
Takahiro EBINA Shigeru MORIYA

1 緒 言

低炭素社会の実現に向けて省エネへの取り組みが加速している。しかし、中小の工場においては、エネルギー使用状況の把握も行われていない実態がある。その理由のひとつとして個別のエネルギー使用状況を把握するには、測定箇所数に応じた測定機器が必要でありそのコストがかけられないことがあげられる。我々は、平成21年度に経済産業省の委託事業採択を受け、工場を対象とした電力等の「見える化」システムを構築した。無線通信とバッテリー搭載を特徴とした子機100台によるセンサネットワークにより可搬型で設置容易なシステムである。広い工場の中に数多くの子機を設置しても自動的に構成されたメッシュネットワークによって親機に測定データが集約される。企業の省エネ担当者はリアルタイムに工場全体のエネルギー使用状況が把握できるようになり省エネ改善活動に役立てることが可能となる。平成21年度に構築したこのシステムにより山形県内3箇所のモデル工場でフィールド試験を実施し企業の省エネ改善に対する有用性を確認した¹⁾。

ものづくりの現場で、省エネが欠かせないテーマとなっている現在においては、中小製造業の集積地である本県の省エネをすすめることで製造業の競争力強化につながると考えている。平成22年度からは、本システムを利用した電力等測定事業を実施し、企業の省エネ支援を行っている。平成22～24年度の3ヵ年で100工場・事業所での活用を促し県内の中小製造業の低炭素化を支援する事業である。約1年間実施した事業活動について報告する。

2 可搬型スマートセンサを用いた電力等測定システム

2.1 可搬型スマートセンサ概要

可搬型スマートセンサを図1に示す。子機は一般事務用機器等を計測するタイプAを8台、工場の大型設備等を計測するタイプBを92台の合計100台で構成した。機能概要を表1に示す。本システムは主に電力を測定することを目的としているが、温度・湿度も測定でき、ほかにセンサを用意すれば他の環境物理量も同時測定可能で、エネルギー使用との因果関係の解析に利用できる。計測した値は各子機から1分毎に無線通信により親機に集められる。親機では、工場全体のエネルギー使用状況を一括して把握することができるようになる。すべての子機の測定データはCSVファイルにて親機に記録する。平成21年度の実証実験から省エネを目的とした場合のデータ記録間隔は、5分毎が適切と判断した。記録したデータは詳細に分析することで省エネに役立てることができる。また、条件に応じた機器制御機能も省エネに役立てることができる。測定温度に応じてサーキュレータの動



図1 可搬型スマートセンサー

作を制御し空調設備の省エネ効果の検証したり，不必要になった機器を自動的にon/offすることも可能である。

表 1 可搬型スマートセンサ機能概要

項 目	仕 様	理 由
無線通信機能	IEEE802.15.4 (ZigBee) できる限り長距離の通信が可能 (見通し1000m)	設置を容易にするため無線式通信経路を自動的に構築可能 工場内のノイズ環境に適用 子機と親機の双方向通信
バッテリー駆動	リチウムイオンバッテリー 1ヶ月駆動可能な容量	設置を容易にするためバッテリー駆動 屋外設置で電源確保が難しい場合を想定 小型化を狙いエネルギー密度の高いリチウムイオンを採用
電力測定	電力測定 2 系統 積算電力計測 デマンド計 単相 100V～三相 200V	電力測定箇所が多いことから子機 1 台で 2 電力測定 工場に必要な電力測定
環境物理量の計測	温度測定 (1～2 点) 湿度測定 (1～2 点) アナログ入力 (～4 点) デジタル入力 (～4 点)	電力使用量の分析に關係する物理量を測定する(温度，湿度) その他，生産数量や他のセンサ入力を処理できるよう拡張性を持たせる
機器制御	リレー制御 PLC 制御	無駄な機器を自動的に On/Off 制御する FA 用機器の制御のため PLC を搭載
その他の機能	ブザー，信号灯	警報を鳴らしたり，信号灯点灯により作業者に状態を通知する

2.2 リアルタイムモニタ(WattViewer)

子機で測定したデータは親機に集約されるが，事業実施当初は，省エネに役立てるための「見える化」のソフトウェアが充実していなかった。特にリアルタイムでの電力使用状況を分かりやすくモニタリングすることはできないかとの要望が多く寄せられた。具体的な要望は以下のとおりである。

- 30分デマンド値での電力表示
- 測定箇所ごとの日次負荷グラフの表示
- 一日の最大値と時間の表示
- 現在の電力使用量の表示

以上の要望から仕様を策定しリアルタイムモニタ(WattViewer)を開発した(図2)。測定データを工場内のイントラネットで共有することが可能な場合は，親機だけでなく工場内の複数のPCからリアルタイムでの状況把握が可能となった。

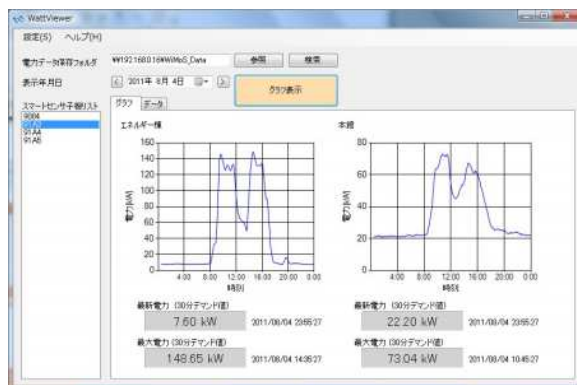


図 2 リアルタイムモニタ(WattViewer)

3 可搬型スマートセンサを活用した電力等測定事業

3.1 電力等測定事業概要

本事業の実施スキームを図3に示す。山形県工業技術センターは，可搬型の電力等測定システムを使った電力測定を測定企業に訪問して行い電力使用状況の見える化で技術支援を行う。測定したデータを分析し省エネ改善活動は測定企業が自らが実施する。しかし，データの解釈や改善の提案に関しては，専門的な知識と経験を有している専門家のアドバイスが必要となる。本事業では，企業が財団法人省エネルギーセンターの専門家からアドバイスを受けながら進められるよう協力体制を組んだ。測定企業では，専門家の助言や測定データを活用しPDCAのサイクルで省エネ改善活動を実施する。3者が連携して「工場の省エネ」に取り組むスキームとしている。

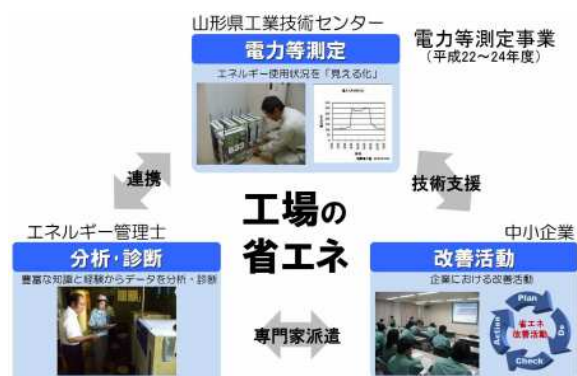


図 3 工場の省エネ実施スキーム

3.2 電力測定

一企業あたりの電力測定手順は以下のようになる。

- 電力測定箇所の選定，および，無線通信の事前確認
- 測定機材の確保と測定準備
- 測定企業への設置工事
- 電力等の測定
- 機材の撤去
- データの分析と報告

幅広い企業に利用してもらいたいという観点から1回あたりの測定では子機の台数は30台まで，測定期間は最長1ヶ月間という規定を設け事業を実施し，並行して複数工場の測定を行っている。子機タイプBは2箇所の電力測定が可能であるため，最大で60箇所の測定が可能である。

電力測定に関する機材は，たいていの場合は我々が用意するもので十分であり，実質の企業負担は電気設備への取付けにかかる工事費程度である。電力の消費と関係の深い事象は同時に測定することで改善点が見つかることが多い。多くの企業で温度や湿度，コンプレッサ圧力などを同時計測した。

測定箇所の選定，データの分析について専門家によるアドバイスがあればよりよい測定が可能となる。

3.3 測定結果を活用した省エネの具体例

電力測定結果はグラフ化し分析を行う（図4））。主な着目点は以下のとおり。

- エネルギーの固定費・変動費の把握
- 月・週・日のピークを把握
- 照明・空調・生産設備の使用電力割合を把握

以上の項目を工場全体・製造ライン・機器ごとに分析することでエネルギー使用のムダが把握できる。具体例として，(1)コンプレッサ圧力の適正運転によるエネルギー削減，(2)LED照明導入によるエネルギー削減，(3)機器初期投入電力の分散によるピークシフト，等で改善を実現した。また，装置の入れ替えに必要なコストをどれくらいの期間で回収できるか試算した企業も多い。また，これまで行っていた省エネの活動が明らかになり従業員のモチベーショ

ン向上につながった例もある。いずれにしても，根拠のある数値データから改善効果をイメージできるようになり積極的な省エネ改善活動が可能となった。

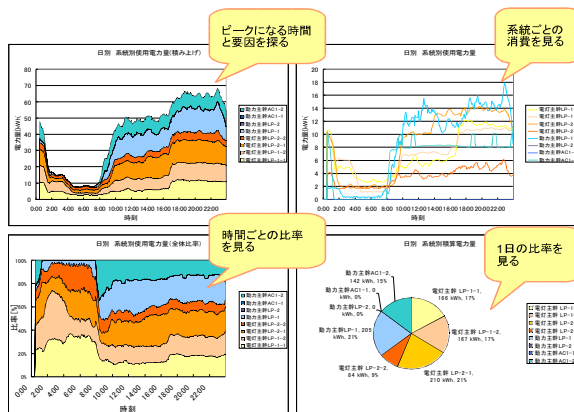


図4 測定データの分析例

3.4 平成22年度の実施結果

製造業を中心にのべ37工場・事業所にて測定を実施した（図5）。1回あたりの電力測定箇所は5～50箇所ほどで企業の要望に応じて実施した。約2割の工場が管理指定工場（1種・2種）である。測定を実施した企業の大半が専門家からのアドバイスを受け省エネ改善活動に役立てている。測定後の省エネへの取り組み状況を見ると，専門家派遣を実施した企業がより大きな効果をあげている例が多い。



図5 電力等測定風景

改善活動により電力の使用量を大幅に削減できた企業の例では，省エネによる電力量の削減に加え，電力契約の見直しを実施し，金額ベースで年間490万円程のコスト的メリットを見出

すことのできた企業もあった。

4 結 言

多くの企業で本システムを運用し電力等の見える化を実施したところ無線通信機能を備えた電力測定器の有用性を見出すことができた。有線で通信経路を敷設するとなれば敷設費用だけでも多大なコストがかかってしまい、今回のように一時的に設置して状況を把握するような用途には向かない。既設の構内LANなどを活用するにしても電気設備周辺には敷設されて無いことも多く、またセキュリティの点でも安易に相乗りは難しいこともわかった。通信せず子機に記録する手法も考えられるが工場に広く分布した子機のデータを人手で集めるには時間がかかりすぎ実質1週間に1回程度集めるのが限界と思われる。無線通信にはデメリットもあり約2割の企業では無線通信の不具合が発生することがあったが、子機設置位置を工夫する、中継器を増設する、などで改善できた。電波の利用は周辺環境に依存する部分が多く明確な解決手法があるわけではない。そのため現場での調整が重要である。

測定データの解析には時間と手間を要することがわかった。エネルギー使用の原因となるものを突き止めるために機械の稼働状況・生産数量・装置の設定値などが関与しておりそれらのデータとの因果関係を分析する必要があるためである。今後は分析ツールを充実させていく必要がある。

平成23年3月11日に発生した東日本大震災による電力関連施設の被害から、日本全土でこれまでにない節電を実施する必要があった。本システムで測定したデータは節電にも有効なデータとして活用できると考えられる。電力等事業は今後も継続して実施する予定である。可搬型スマートセンサによる電力等測定が、企業の省エネ・節電のお役に立てれば幸いである。

文 献

- 1) 金内秀志, 多田伸吾, 境修, 海老名孝裕, 森谷茂: 山形県工業技術センター報告, No.42 (2010) 55.

抄 録 / 論 文 発 表

Effect of Carbon Nanotube(CNT) Size on Wear Properties of Cu-Based CNT Composite Electrodes in Electrical Discharge Machining

鈴木庸久 加藤睦人 齊藤寛史 飯塚博*

Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering, Vol. 5, No. 7, pp. 348-359 (2011)

ダイヤモンドに匹敵する熱伝導性を有するカーボンナノチューブ（以下 CNT）を銅に複合させた放電加工用電極を試作し、CNT 複合銅電極が、通常銅電極に比べ電極消耗が 1/2 以下となること、CNT の形状によって低消耗効果が異なることを確認した。CNT 複合銅電極における低消耗メカニズムは、TEM 観察・分析の結果から、CNT が銅が熔融する温度においても分解せず、電極表面で保護作用を示すためであると考察した。

* 山形大学大学院理工学研究科

Improved Adherence Strength between Diamond Grains and Electrolytic Nickel Bonds by Carbon Nanotube Coatings

鈴木庸久 加藤睦人 齊藤寛史 飯塚博*

Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering, Vol. 5, No. 8, pp. 386-396 (2011)

ダイヤモンド電着砥石の砥粒保持力の改善を目指し、カーボンナノチューブ（CNT）でコーティングしたダイヤモンド砥粒を試作し、その効果を調べた。初めに、ダイヤモンド砥粒の表面をアミノ化し、次に酸処理によりカルボキシル基を修飾した CNT を分散させた溶液に浸すことにより、アミン- CNT 相互作用およびファンデルワールス力に起因する CNT 同士の凝集力によると考えられる引力により、CNT はダイヤモンド砥粒表面に自己組織化的に集められ、CNT で覆われたダイヤモンド砥粒が形成された。ニッケルめっきにより基板に固着し、ボンドテスターにより基板との結合力を測定したところ、CNT 被覆ダイヤモンド砥粒は、通

常のダイヤモンド砥粒の約 2 倍の結合力を有することが分かった。

* 山形大学大学院理工学研究科

近赤外分光用電磁駆動型 2 軸傾斜 MEMS グレーティング

渡部善幸 高橋義行 阿部泰 岩松新之輔 矢作徹 小林誠也 今野俊介 佐藤敏幸

電気学会論文誌 E, Vol. 131, No. 3, pp.111-116 (2011)

第 27 回センサ・マイクロマシンと応用システムシンポジウム (2010.10.14)*

距離や形状の非接触測定を目的とした MEMS グレーティング (MEMS-GR) の設計、試作、評価を行った。はじめに、近赤外低コヒーレント光干渉計測における光源の波長帯域 1400-1700nm を分光するために必要な GR の設計および試作を行い、光学特性を評価したところ、回折角は理論値と 1° 以内で一致することを確認した。次に電磁力で分光と光軸調整の 2 軸傾斜が可能な MEMS グレーティングを試作した。デバイスの傾斜特性は約 $0.4^\circ/\text{mA}$ であり、駆動コイルへの通電電流 $\pm 10\text{mA}$ 以下で全帯域の分光が可能であることを実証した。S/N は約 50dB で、小型干渉計としては有用な感度であることがわかった。

大気圧走査電子顕微鏡 ASEM による動的観察

須賀三雄* 西山英利* 小入羽祐治* 渡部善幸 岩松新之輔 佐藤主税**

顕微鏡 Vol. 46, No. 2, pp.137-139 (2011)

大気中の試料を SEM 観察することが可能な大気圧走査電子顕微鏡 (ASEM: Atmospheric Scanning Electron Microscope) を用い、液体と気体中で材料系試料を動的に観察した。はじめに水溶液に分散させたシリカ粒子の観察を行ったところ、電子線照射密度により粒子が自己組織化する様子やランダム振動する様子がリアルタイム観察できた (加速電圧 30 kV, ビーム電流 1.2 nA, フレームレート 0.075 fps)。その他、試薬の投入により粒子が静止する様子や、薬液の乾燥過程で生じる析出、電気化学反応、

ハンダの溶融，凝固過程などの動的観察に成功した。

* 日本電子株式会社クレアプロジェクト ** 産業技術総合研究所バイオメディカル研究部門

感光性エポキシ樹脂 SU-8 表面の濡れに及ぼす微細凹凸形状とプラズマ改質の影響

小林誠也 牧野英司* 峯田貴**

表面技術, Vol.62, No. 3, pp. 40-44 (2011)

エポキシ樹脂 SU-8 の純水に対する濡れに関して，正方形断面をもつ柱を連続的に並べた微細凹凸構造と，SF₆ および O₂ プラズマによる表面改質の影響を調べた。その結果，プラズマ照射を行わない SU-8 凹凸面では，Wenzel モデルの濡れとなるが，微細な凹凸のピン止め効果によって濡れ広がりが増大され，Wenzel の計算値に比べ大きな接触角となった。SF₆ プラズマ照射を行った表面は，C-F 結合が形成されてはっ水性となり，凹凸面での濡れは，基本的に Cassie モデルの濡れとなり，150° を越える超はっ水となる形状が得られた。O₂ プラズマ照射表面は，COO や C-O 結合が形成されて親水化し，接触角はほぼ 0°，凹凸面では Wenzel モデルの濡れとなり，濡れやすさがさらに顕著となった。

* 弘前大学大学院理工学研究科 ** 山形大学大学院理工学研究科

Effects of Microstructure Geometry and Plasma Modification on Wetting Properties of SU-8 Surfaces

小林誠也 牧野英司* 峯田貴** 小松崎寛央**

Microelectronic Engineering, Vol. 88, pp.1775-1778 (2011)

SU-8 の微細凹凸構造において，断面形状を正方形，円，十字，メッシュ形状とし，その凸部面積比も変え，SF₆ プラズマ照射前後の接触角と濡れ状態を調べた。濡れ状態は，プラズマ照射前は Wenzel，プラズマ照射後は，メッシュ以外の形状では，凸部面積比によって Cassie から Wenzel モデルの濡れに変化した。メッシュ形状では，プラズマ照射後 Cassie モデルの

濡れとなるが，プラズマ照射前後での接触角変化が，他の形状と異なり小さく，特異な濡れ状態となることがわかった。

* 弘前大学大学院理工学研究科 ** 山形大学大学院理工学研究科 *** 弘前大学大学院理工学研究科（現：東北リコー株式会社）

表面粗さ測定を用いた塗装木材の耐候性評価

江部憲一 片岡厚* 木口実*

木材保存, Vol.37, No.3, pp.122-129 (2011)

市販の木材保護塗料 10 種類をスギ心材に塗装し，山形市内において南向き 45 度傾斜の条件で 24 ヶ月間の屋外暴露試験に供し，塗装面の変色，撥水度の変化，算術平均粗さ (Ra) の変化を評価した。色差 (ΔE^*_{ab}) は，いずれの塗料についても，暴露開始から徐々に増加した。一方，撥水度は，暴露開始から 6 ヶ月後まで 100 % 近い値を維持していたが，9 ヶ月後からは低下し始めた。Ra の変化傾向は，撥水度のそれに似ており，暴露 6 ヶ月まで 10 μ m 以下の値を維持した後，9 ヶ月後からは増加する傾向を示した。また，暴露 24 ヶ月後の Ra と撥水度には高い負の相関が，Ra と色差には中程度の正の相関が認められた。

* 独立行政法人森林総合研究所

果実香気成分の高付加価値利用

飛塚幸喜 宮脇長人* 小林康弘** 佐藤文隆***

日本食品工学会誌, Vol.12, No.4 (2011) 印刷中

蒸留，膜分離および凍結濃縮などの技術を組み合わせることで，果実（ラ・フランス，モモ，リンゴなど）から産業的規模で香気成分を採取，濃縮する技術確立した。

開発技術を応用してラ・フランス果実から香気成分を採取し，これを原料とした液体香料を開発して商品化した。開発香料は様々な食品等に応用され，菓子類，漬物，こんにゃく，ケーキ，果汁飲料など数多くの商品が現在市販されている。また将来的には非食品分野を含めた幅

広い活用が期待される。

* 石川県立大学食品科学科 ** 株式会社果香 *
** 山形食品株式会社

ラ・フランス果実を活用した新食品素材開発

飛塚幸喜

AROMA RESEARCH (2011) 印刷中

山形県特産の果実であるラ・フランスを活用した新しい食品素材の開発に取り組んだ。粉末状の食品素材として、ラ・フランス果実の香気成分をシクロデキストリンに保持させた「ラ・フランスパウダー」を、液体状の食品素材として、ラ・フランスの香気成分を原料とした「ラ・フランスエッセンス香料」を開発し商品化した。両素材ともラ・フランス由来の自然な風味が好評で、これを活用した数多くの商品（菓子類、清涼飲料水など）が現在市販されている。

Synthesis of Well-Defined and End-Polymerizable Star-Shaped Polysulfides and Their Application to Negative Photoresist

平田充弘 阿部泰 落合文吾* 遠藤剛**

Journal of Polymer Science: Part A: Polymer Chemistry, Vol. 48, pp. 4385-4392 (2010)

末端に UV 硬化性基をもつ星型ポリ(フェノキシプロピレンスルフィド)は、ポリマーの活性末端を求電子試薬と反応させることで合成した。種々の求電子試薬を用いた結果、クロロメチルスチレンを選択した時、定量的に結合した。得られたポリマーの数平均分子量(M_n)は理論値に一致し、分子量分布(M_w/M_n)は狭かった。ポリマーの UV 硬化は、ポリエチレングリコールジアクリラートを 10wt% 添加した時、残膜率が最大を示した。また、シリコンウェハ上に成膜したポリマーは、THF を現像液に用いることでネガ型パターンの作成が可能であった。

* 山形大学大学院理工学研究科 ** 近畿大学分子工学研究所

抄 録 / 口 頭 発 表

Effect of CNT Size on Wear Property of Cu-based CNT Composite Electrodes in EDM

鈴木庸久 加藤睦人 齊藤寛史 飯塚博*

4th JSME/ASME (2011.6.16)

放電加工において、加工精度やコストの点から、低消費でかつ微細形状の電極が求められている。本報では、ダイヤモンドに匹敵する熱伝導性を有するカーボンナノチューブ（以下 CNT）を銅に複合させた電極を試作し、CNT 複合銅電極が、通常銅電極に比べ電極消耗が少ないことを確認した。さらに、CNT 複合銅電極における低消費メカニズムを調べるために、単発放電実験を行い、電極表面に形成される放電痕の性状を観察、分析し、CNT の存在による放電現象の違いを考察した。

* 山形大学大学院理工学研究科

Improvements of Young's Modulus on Ni-based CNT Composite Coating

鈴木庸久 村岡潤一 加藤睦人 横山和志 飯塚博*

18th International Conference on Composite Materials (2011.8.23)

超音波援用めっき法および PR めっき法を用いて CNT 含有量の異なる CNT 複合ニッケルめっき被膜を形成し、インデンテーション法により、CNT 複合化による Ni めっき被膜の硬度、ヤング率の変化を調べた。ニッケルマトリックスの結晶サイズ (Hall-pitch 効果)、配向性、CNT 分散状態 (Orowan 効果) から硬度およびヤング率の変化を考察した。

* 山形大学大学院理工学研究科

低熱膨張型基準器の持ち回りによる座標測定機の性能検査（基準器の材質の違いによる座標測定の不確かさ比較検証）

和合健* 中居久明*² 加藤勝*³ 久田哲弥*⁴
渡部光隆 吉田智*⁵ 大澤尊光*⁶
精密工学会秋季大会（2011.9.20）

JIS B 7440-2:2003 に基づいた座標測定機（以下、CMM）の受入・定期検査において、検査用基準器の材質の差異により不確かさの要因及びその大きさが異なり、検査の不確かさの差異が CMM の能力比較の妨げになる恐れがある。この度東北 6 県公設試の共同実験として低熱膨張材と炭素鋼材の二つの異なる材質の基準器を使用した持ち回りによる CMM の検査を実施し、算出された不確かさを比較検証した。

* 1 岩手県工業技術センター * 2 青森県産業技術センター * 3 秋田県産業技術センター * 4 宮城県産業技術総合センター * 5 福島県ハイテクプラザ * 6 産業技術総合研究所計測標準研究部門

カーボンナノチューブ複合 Ni めっき被膜の硬度およびヤング率

鈴木庸久、横山和志、村岡潤一、加藤睦人、飯塚博*

日本機械学会東北支部第 47 回秋季講演会 (2011.9.22)

我々は、ダイヤモンド電着砥石、放電加工用電極への応用を目指して、ニッケルや銅にカーボンナノチューブ (CNT) を含有させた機能性複合めっき被膜の開発に取り組んでいる。本報では、超音波援用めっき法および PR めっき法を用いて CNT 含有量の異なる CNT 複合ニッケルめっき被膜を形成し、インデンテーション法により、CNT 複合化による Ni めっき被膜の硬度、ヤング率の変化を調べた。

* 山形大学大学院理工学研究科

カーボンナノチューブ複合 Ni めっきで形成された自立膜の残留応力と反りの改善

加藤睦人 鈴木庸久

日本機械学会東北支部第 47 回秋季講演会 (2011.9.22)

我々は、カーボンナノチューブ (CNT) が有

する優れた機械的強度，熱伝導性を活かした CNT 複合めっきの研究を行ってきた。現在，CNT 含有超薄型砥石の開発を行い，機械分野への応用を進めている。薄型砥石ではその形状を維持するため，反りの原因となるめっき時の残留応力の制御が重要である。今回，めっき被膜の残留応力緩和方法を検討した。その結果，被膜の熱処理によって残留応力と反りを改善可能であることがわかった。

複合めっき分散用進行波型超音波振動板の設計

村岡潤一 鈴木庸久

日本機械学会東北支部第 47 回秋季講演会 (2011.9.22)

めっき母材を超音波振動させる方式は，複合めっきの大面积化に有効であるが，定在波振動の節で分散状態が悪化することが課題であった。そこで我々は，節が移動する進行波型超音波振動板を設計した。

今回は，FEM 解析を用い所定の周波数において進行波を励振できる振動板形状，適切な振動子取付位置を検討した。結果，B03 モード，板厚 10mm，振動子取付位置 40mm が，反力が小さくモード干渉がないため，振動板として適していることが分かった。

単結晶ダイヤモンド工具の機上成形における研磨素材溝形状の影響

小林庸幸 齊藤寛史 一刀弘真

日本機械学会東北支部第 47 期秋季講演会 (2011.9.22)

砥石での加工が困難な微細形状を有する高硬度金型の加工には，単結晶ダイヤモンド工具が用いられる。加工中に工具が摩耗した場合に工具交換を行わず，工具を工作機械に取り付けたまま研磨・成形する機上成形は，工具位置補正のための予備加工が不要となる点等で有利である。本研究では，研磨素材である超硬合金に付与する溝の本数および溝幅を変化させたときの研磨特性への影響について検討した。

大気圧走査電子顕微鏡クレアスコープ

須賀三雄* 小入羽祐治* 西山英利* 岩松新之輔 渡部善幸 佐藤主税**

第 30 回 LSI テスティングシンポジウム (2010. 11.11)

大気圧下において液体や気体中の試料を観察できる大気圧走査電子顕微鏡 (Atmospheric Scanning Electron Microscope: ASEM (クレアスコープ)) を開発し，電解液中における電気化学反応，および大気下におけるハンダの温度に依存した形態変化を *in situ* で観察した。クレアスコープを用いて電解液中のカソード近傍を観察した結果，カソードからアノード方向に樹枝状に金属が析出していく様子をダイナミックに観察できた。また，大気下におけるハンダの熔融・凝固過程のモルフォロジー変化をダイナミックに観察できた。

* 日本電子株式会社 ** 産業技術総合研究所バイオメディカル研究部門

電磁駆動型 2 軸可動 MEMS グレーティングと近赤外低コヒーレンス干渉法を用いた 3 次元形状計測への応用

渡部善幸 高橋義行 阿部泰 岩松新之輔 矢作徹 小林誠也 今野俊介 佐藤敏幸

平成 23 年電気学会 E 部門総合研究会 (2011.7.1)

第 28 回センサ・マイクロマシンと応用システムシンポジウム (2011.9.26)*

測定対象物に 2 軸光走査する MEMS ミラーと，干渉光を分光する 2 軸傾斜 MEMS グレーティングを組み込んだフーリエドメイン型光ファイバ干渉計を開発した。ファイバ干渉計による距離計測を行ったところ，標準偏差がピーク検出法では $3\mu\text{m}$ であったが，カーブフィッティング法により $0.6\mu\text{m}$ まで低減することができた。以上のシステムを用い，対象物の表面反射法による $1\mu\text{m}$ の標準段差試料，および透過法によるシリコン IC プロセス面の高精度 3 次元形状計測を実現した。

Atmospheric SEM observes samples in

liquid

須賀三雄* 小入羽祐治* 西山英利* 岩松新之輔 渡部善幸 佐藤主税**

分析展 2011/科学機器展 2011 JAIMA コンファレンス (2011.9.8)

大気圧電子顕微鏡 (ASEM, クレアスコープ (JASM-6200)) を用いて液中試料の観察を行った。電気化学 ASEM ディッシュにはシリコン窒化膜を有するチップが搭載されており、電子線透過膜上に形成した金属電極間への通電で電気化学反応が観察可能である。両電極間に 2.1V を印加しながら飽和 NaCl 水溶液の観察を行った結果、電極付近で樹枝状成長する様子が観察できた。次に銀ペースト表面性状の温度依存性を観察した。ASEM ディッシュに設置したヒータで加熱を行い、室温でのランダム振動から昇温に伴い粒子同士が塊になる様子が観察された。

* 日本電子株式会社 ** 産業技術総合研究所バイオメディカル研究部門

免疫機能モニタリングを目的とした細胞チップの開発

桐生春樹* 児玉隼人* 渡部善幸 庄司和広* 多田美香* 葛西重信*

平成 23 年度化学系学協会東北大会 (2011.9.18)

免疫細胞モニタリングを目的とした細胞チップの開発を行った。参照極、作用極、対極を配置し、3 次元培養が可能なウェルの作製を行った。単結晶シリコンの異方性エッチングにより細胞導入用のウェル (□ 75 μ m) を作製後、Ag 対極、Ag/AgCl 参照電極はエッチングで形成し、Pt 作用極はリフトオフで作製した。ウェルは 6 つ形成し、6Ch 検出可能な細胞チップとした。電極は、□ 250 μ m の矩形ドーナツ型と、直径 256 μ m の円形ドーナツ型とした。サイクリックボルタンメトリーにより各電極の特性を計測した。

* 東北工業大学大学院工学研究科

細胞チップを用いた薬剤刺激応答のリアルタイムモニタリング

児玉隼人* 桐生春樹* 渡部善幸 庄司和広* 多田美香* 葛西重信*

平成 23 年度化学系学協会東北大会 (2011.9.18)

シリコン基板に異方性エッチングを用いた微小ウェル (体積 880 nL) を作製し、ウェル内にコラーゲン包埋法を用いた THP-1 (ヒト骨髄性白血病細胞株) を挿入し、細胞チップとした。細胞チップに PMA (Phorbol myristate acetate) を滴下し、ROS (Reactive Oxygen Species : 活性酸素種) 産生について、化学発光法を用いてそのリアルタイムモニタリングを行った。また、円錐ウェル (半径 2 mm, 深さ 2 mm) に THP-1 を挿入し、マイクロ電極を用いて酸素還元電流を計測した。

* 東北工業大学大学院工学研究科

ポーラスシリコンの局所的形成と界面活性剤添加効果

矢作徹 阿部泰 岩松新之輔 渡部善幸 小林誠也

平成 23 年電気学会全国大会 (2011.3.18)

日本機械学会 東北支部 第 47 期秋季講演会 (2011.9.22)*

ポーラスシリコン (PSi) は、フッ酸溶液中における単結晶 Si 陽極酸化で生じるピットにより形成されるが、ピット間隔や形状は十分に制御されていない。本研究では Si ウエハ上にプラズマエッチングを用いて予め微細なパタンを形成し、パタン凹凸部への電界集中を利用することでパタン位置に局所的に PSi ピットを形成した。さらにフッ酸溶液への界面活性剤 (Tween20, TritonX-100) 添加効果についても検討した。その結果、界面活性剤を添加したほうが無添加の場合に比べよりパタン形状に沿った PSi ピットが形成された。断面構造においても添加物を加えたほうがより深部まで表面パタンの影響がみられた。同一パタンでも結晶方位に対するパタン方向の違いにより、ピット形成後の形状が変化した。

InGaZnO₄TFT チャネル層の XPS 分析

岩松新之輔 矢作徹 渡部善幸 小林誠也 竹知和重* 田邊浩*

2011 年度秋季応用物理学会学術講演会(2011.9.1)

アモルファス InGaZnO₄TFT (a-IGZO TFT) は、高い電界効果移動度とオンオフ比から次世代 FPD 用 TFT として注目されている。現状の a-IGZO TFT 構造の主流は、逆スタガ型ボトムゲート構造であり、この場合、ソース・ドレイン電極 (S / D 電極) の成膜、エッチングの工程で、a-IGZO チャンネル層がプラズマ雰囲気曝されることを避けられず、その際の S / D 電極との界面形成、a-IGZO チャンネル層の表面状態の制御が TFT 特性に大きな影響を及ぼすことが報告されている。本研究では、逆スタガ型ボトムゲート構造の a-IGZO TFT を作製し、伝達特性および出力特性の評価と a-IGZO チャンネル層の光電子分光分析 (XPS) を行い、a-IGZO TFT における両者の関連性について考察した。

* NLT テクノロジー株式会社

親水・はっ水構造と薄膜ヒータの加熱によるグルコースの蛍光修飾

小林誠也 岩松新之輔 矢作徹 渡部善幸 牧野英司* 峯田貴**

表面技術協会第 123 回講演大会 (2011.3.17)
日本機械学会東北支部第 47 期秋季講演会 (2011.9.22)*

グルコースの微量分析を目指し、ガラス基板上に、SU-8 製微細凹凸構造のはっ水部と、Ti 薄膜製の親水部とヒータを持ち、ヒータの加熱によって液滴の濃縮と蛍光化反応ができるデバイスを作製し、加熱濃縮特性と蛍光化の評価を行った。Ti 薄膜のヒータ部は、約 500 mW で蛍光化温度である 165℃以上まで加熱可能で、はっ水・親水構造との組み合わせによって親水部のみに濃縮することができた。グルコースと反応液を 5μL 滴下し、濃縮・加熱を行った後、UV 照射したところ、蛍光発光することが確認できた。

* 弘前大学大学院理工学研究科 ** 山形大学大学院理工学研究科

組織を微細化したフェライト系ステンレス鋼の諸特性

鈴木浩* 中村保彦* 佐藤昇 藤野知樹 鈴木剛 高橋裕和 松木俊朗 小川仁史 山田享来次浩之**

鑄造工学会東北支部第 82 回鑄造技術部会 (2011.3.8)

ロストワックス鑄造によるフェライト系ステンレス鋼 SUS430 相当材の組織を微細化し、合金元素の偏析を軽減することにより、耐熱性、靱性・延性及び耐食性を低コストで向上させる技術の開発に取り組んだ。

その結果、鑄造後の熱処理により機械的性質が改善されること及び開発材は鍛錬材と同等の高温酸化特性を有することがわかった。また、検討した 4 種の添加元素のうち 2 種が鋭敏化を抑制し、1 種は添加量最適化により鋭敏化抑制の可能性があることを明らかにした。

* 山形精密鑄造株式会社 ** 山形県立産業技術短期大学校

酸素終端ダイヤモンド表面の結合開裂反応によるヨウ素化

佐竹康史 鈴木庸久 加藤睦人

表面技術協会講演大会 (2011.3.17)

ナノダイヤモンドの添加効果を高める目的で、酸素終端ダイヤモンドの表面官能基の変換を試みた。ヨウ化カリウム-リン酸条件での -C-O-C-結合開裂反応によるヨウ素化反応中間体を経て、生成したダイヤモンド表面の分析を行い、反応条件を評価した。また、生成したダイヤモンドの熱的安定性について、示差熱重量分析装置を用いて評価した。

界面前進凍結濃縮法によるリンゴ果実香気成分の濃縮

飛塚幸喜 安食雄介 野内義之 小林康弘* 石川千暁* 宮脇長人**

第 12 回日本食品工学会大会 (2011.8.5)

リンゴ果実香気成分の濃縮における界面前進凍結濃縮法の有効性について検討した。リンゴ果実回収フレーバーを体積比で約 8.1 倍に界面

前進凍結濃縮したところ，酢酸ブチルが約 7.4 倍，1-ブタノールおよび 2-メチル-1-ブタノールが約 8.0 倍に濃縮されるなど，ほぼ全ての香気成分が 7 から 8 倍前後に濃縮された。一方，氷結晶に取り込まれた香気成分量は，最も多いものでも投入した量の 1%未満であり，界面前進凍結濃縮法によりリンゴ果実香気成分を極めて効率良く濃縮できることがわかった。

*株式会社果香 **石川県立大学食品科学科

庄内柿（平核無）のタンニンとフィブロインタンパクによる脱渋効果

菅原哲也 五十嵐喜治* 遠田寿之**

日本食品科学工学会第 58 回大会(2011.9.10)

庄内柿（平核無）は，生育にともない総タンニン含有量が減少する傾向を示し，特に不溶性タンニンの顕著な減少が認められた。また，低分子ポリフェノールとして没食子酸を検出し，未熟果で特に高い値を示した。完熟果において，脱渋後では，総タンニン含有量は同程度であったが，可溶性タンニンが著しく減少し，不溶性タンニンの増加が認められた。

フィブロインタンパクは無味，無臭の白色粉末であり，その添加量に依存して，調製したカキペーストの可溶性タンニン含有量が減少することを明らかにした。また，フィブロインタンパクをカキ重量に対して 1%以上添加することで，渋もどりの抑制効果が確認された。

*山形大学農学部 **松岡株式会社

庄内柿を利用したバクテリアセルロースの生産と利用法の検討

長俊広 菅原哲也 石塚健

日本食品科学工学会第 58 回大会（2011.9.10）

カキ果汁からバクテリアセルロース（以下，BC）を生産する条件について検討した結果，カキ果汁に酵母エキスを添加することにより，市販のナタデココと同等以上の膜強度の BC を得ることができた。得られた BC の食品素材への利用促進を図るため，麺等への添加試験を行った結果，BC 添加により強度が高くなることが確認された。

研究成果広報委員

田 中 善 衛	小 関 敏 彦
佐 藤 敏 幸	松 田 義 弘
佐 藤 啓	高 橋 勝 弘
中 野 哲	渡 邊 健
松 木 和 久	石 塚 健

山形県工業技術センター報告 No.43 (2011)

2012 年 (平成 24 年) 3 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
