

山形県工業技術センター報告

REPORTS OF YAMAGATA RESEARCH INSTITUTE OF TECHNOLOGY

No. 44 (2012)

山形県工業技術センター

YAMAGATA RESEARCH INSTITUTE OF TECHNOLOGY

目 次

論 文

2 段ピラーとメッシュ構造を組み合わせた微細凹凸表面における液滴の移送と混合 ……………	1
小林誠也 岩松新之輔 矢作徹 渡部善幸 牧野英司 峯田貴	
プラスチックペレット品質管理システムの高度化開発……………	5
高橋義行 今野俊介 佐藤敏幸 佐藤忍 長谷川純一 小田あゆみ 皆川力 佐藤健夫	
県産紅花を利用したニット原糸の開発 ……………	11
平田充弘 小関隆博 渡邊健	
米麴を用いた発酵食肉加工食品の開発 ……………	15
飛塚幸喜 安食雄介 野内義之	
国産紅麴を利用した特徴的な色や風味を有する発泡清酒の開発 ……………	18
石垣浩佳 村岡義之 工藤晋平 小関敏彦	
低熱膨張ボールディメンジョンゲージを使用した座標測定機の性能検査 ……………	21
渡部光隆 小林庸幸 松田丈	
MEMS 技術を用いたグルコース分析用マイクロ化学チップの開発 ……………	26
岩松新之輔 阿部泰 矢作徹 渡部善幸 小林誠也	
石英ガラス研削におけるき裂深さに関する研究 ……………	30
松田丈 江端潔	

耐食性を向上させたオーステナイト系ステンレス鋳鋼品の表面分析	33
藤野知樹 佐藤昇 高橋裕和 松木俊朗	
小川仁史 村上穰 齋藤壱実 中村保彦	
鈴木浩 橋本文雄 牛澤勤 麻生節夫	
渦電流法による二層ステンレス鋳鋼品の非破壊フェライト率測定	38
村上穰 齋藤壱実 小川仁史 近尚之	
松木俊朗 高橋裕和 藤野知樹 佐藤昇	
牛澤勤 橋本文雄 鈴木浩 中村保彦	
阿部利彦	
抄 録	42

CONTENTS

Papers

- Transfer and Mixing Properties of Water Droplets on the Surfaces
Constituted of 2-step Micro Pillar Structure and Micro Mesh Structure 1
Seiya KOBAYASHI Shinnosuke IWAMATSU Toru YAHAGI
Yoshiyuki WATANABE Eiji MAKINO Takashi MINETA
- Development of The Advanced Plastic Pellet Quality Control System 5
Yoshiyuki TAKAHASHI Syunsuke KONNO Toshiyuki SATO
Shinobu SATO Junnichi HASEGAWA Ayumi ODA
Chikara MINAGAWA Takeo SATO
- Modification of Wool Yarn by Cationization and Dyeing Properties
with Pigments of Safflower 11
Mitsuhiro HIRATA Takahiro KOSEKI Takeshi WATANABE
- Development of The New Food which Fermented Meat by Malted Rice 15
Koki TOBITSUKA Yusuke AJIKI Yoshiyuki NOUCHI
- Development of Sparkling Sake with a Distinctive Color and Flavor
Using *Monascus Domestic* 18
Hiroyoshi ISHIGAKI Yoshiyuki MURAOKA Shinpei KUDO
Toshihiko KOSEKI
- Evaluation of Coordinate Measuring Machine Performance Using
Low Coefficient of Thermal Expansion Type Ball Dimension Gauge 21
Mitsutaka WATANABE Tsuneyuki KOBAYASHI Takeshi MATSUDA
- The Micro Total Analysis System which were Integrated the MEMS Fluidic
Device for Detection of Glucose 26
Shinnosuke IWAMATSU Yutaka ABE Toru YAHAGI
Yoshiyuki WATANABE Seiya KOBAYASHI

Study on Crack Depth in Quartz Glass Grinding	30
Takeshi MATSUDA Kiyoshi EBATA	
Analysis of Casting Surface of Austenitic Corrosion-resistant Cast Steels	
Improved Anticorrosion Characteristic	33
Tomoki FUJINO Noboru SATO Hirokazu TAKAHASHI	
Toshiro MATSUKI Hitoshi OGAWA Yutaka MURAKAMI	
Kazumi SAITO Yasuhiko NAKAMURA Hiroshi SUZUKI	
Fumio HASHIMOTO Tsutomu USHIZAWA Setsuo ASO	
Non Destructive Testing for Ferrite Rate of Cast Duplex Stainless Steels	
By Using Eddy Current Method	38
Yutaka MURAKAMI Kazumi SAITO Hitoshi OGAWA	
Naoyuki KON Toshiro MATSUKI Hirokazu TAKAHASHI	
Tomoki FUJINO Noboru SATO Tsutomu USHIZAWA	
Fumio HASHIMOTO Hiroshi SUZUKI Yasuhiko NAKAMURA	
Toshihiko ABE	
Abstracts	42

2 段ピラーとメッシュ構造を組み合わせた微細凹凸表面における液滴の移送と混合

小林誠也 岩松新之輔 矢作徹 渡部善幸 牧野英司* 峯田貴**

Transfer and Mixing Properties of Water Droplets on the Surfaces Constituted of 2-step Micro Pillar Structure and Micro Mesh Structure

Seiya KOBAYASHI Shinnosuke IWAMATSU Toru YAHAGI Yoshiyuki WATANABE
Eiji MAKINO* Takashi MINETA**

1 緒 言

極微量の試料の分析を実現するため、流路を用いず液滴の移動や混合によって分析可能な小型分析デバイス (μ TAS) の開発が行われている。我々はこれらのデバイスを実現する方法として、感光性エポキシ樹脂 SU-8 を用いた微細ピラー構造と SF₆ プラズマ照射を組み合わせて、高いはっ水性を得られることを示した¹⁾。さらに、ピラーの横断面形状を変化させた際の、接触角と濡れ状態の変化について報告した²⁾。

本研究では、微細凹凸面の形状として、メッシュ構造と高さの異なる 2 段ピラー構造に着目した。SU-8 を用いてこれらの微細構造を形成し、SF₆ プラズマ照射を行った後の濡れ性を、接触角と転落角の変化から調べた。さらに、それらを同一基板上に形成し、基板表面に滴下した 2 液滴のうち、傾斜によって 2 段ピラー上の液滴を移送し、メッシュ上の 1 液滴と合体させることが可能であることを示し、そのときの混合特性を調べた。

2 実験方法

2.1 SU-8 を用いた微細凹凸表面構造の作製

2 段ピラーとメッシュ構造は、ホウケイ酸ガラス基板上に SU-8 をスピン塗布し、365nm 波長の UV 光を用いたフォトリソグラフィによって作製した。2 段ピラー構造は、高さの小さい 1 段目のピラー (低層ピラー) をピラーの幅 3 μ m、ピラーの間隔 7 μ m、高さを 5 μ m に固定し、2 段目のピラーの間に埋めるように配置し

た。高さの大きい 2 段目のピラー (高層ピラー) は、幅を 10 μ m、間隔(b)を 30,50,100,150 μ m、高さ(h)を 10,15,25 μ m とした。

メッシュ構造は、凸部となるメッシュの幅を 5,20,50,100 μ m、凹部となるホールを 20,50,100,200 μ m、メッシュの高さを 5,20,50 μ m の範囲で変化させた。

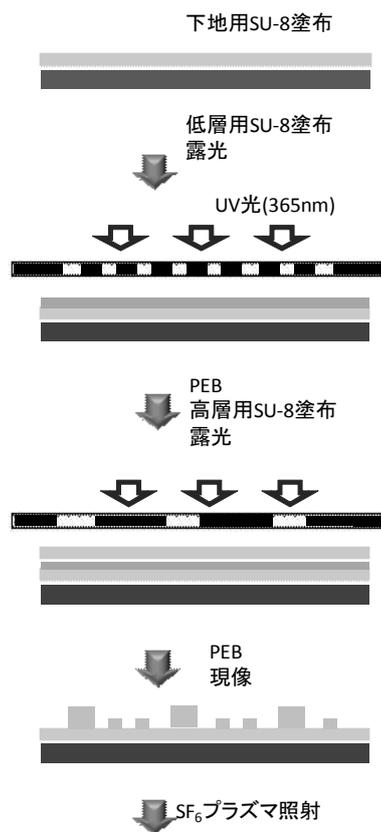


図 1 2 段ピラーの作製プロセス

*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

2 段ピラー構造は、通常行っている 1 回の塗布と露光・現像では実現できない。そこで図 1 に示すように 2 回の塗布と露光およびポストエクスポージャバーク (PEB) 後、現像するプロセスを考案し、このプロセスによって 2 段ピラーを形成した。メッシュ構造の場合は、1 回の塗布と露光・PEB・現像によって形成した。2 段ピラーとメッシュ構造を同時に形成する場合は、2 段ピラーを形成する場合と同様のプロセスとし、1 段目のマスクパターンでメッシュ部分が露光されないようにして形成した。

2 段ピラー、メッシュを SU-8 によって形成後、表面をはっ水性に改質するため、誘導結合型プラズマエッチング装置を用いて、SF₆ プラズマ照射を行った。

2.2 接触角および転落角の測定

接触角の測定は、プラズマ照射を行った 2 段ピラーおよびメッシュ構造表面を有する基板を水平に設置し、マイクロピペットを用いて超純水 5 μ L を滴下し、そのときの液滴形状を水平方向から撮影して行った。

転落角の測定は、接触角測定の場合と同様に、基板を水平に設置し超純水 5 μ L を滴下後、基板を徐々に傾斜し、液滴が転がり始める角度を求めた。その際の液滴形状の変化を水平方向から観察した。

2.3 2 段ピラーとメッシュを組み合わせた表面での液滴の移送と混合

実験には、高層ピラー幅 10 μ m、間隔 50 μ m、高さ 25 μ m の 2 段ピラー構造と、メッシュ幅 5 μ m、ホール幅 100 μ m、高さは 2 段ピラー部と同じ 25 μ m のメッシュ構造を同一基板上に形成したものをを用いた。

メッシュ上に 0.04%プロモチモールブルー (BTB) 水溶液 5 μ L を滴下し、2 段ピラー上に滴下した 3mol/L NaOH 水溶液 5 μ L を、基板を傾けることによって転落させ、2 液滴を合体させた。合体前後の液滴形状と合体後の混合状態は、高速度カメラ (1200 フレーム/s) によって撮影した。

3 実験結果および考察

3.1 2 段ピラーおよびメッシュの接触角

図 2 は、SU-8 で作製した 2 段ピラー構造を SEM 観察したものである。図より、高層ピラ

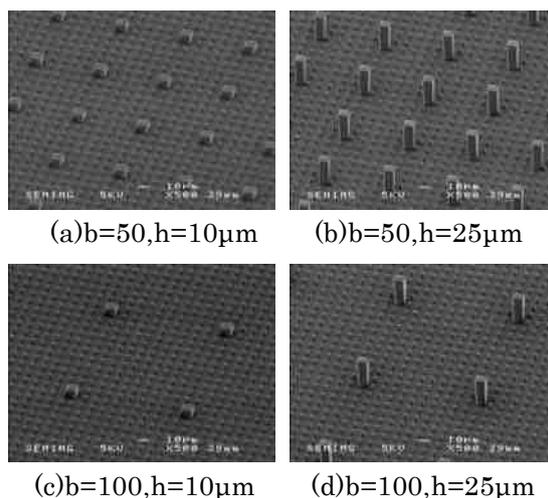


図 2 作製した 2 段ピラーの SEM 像

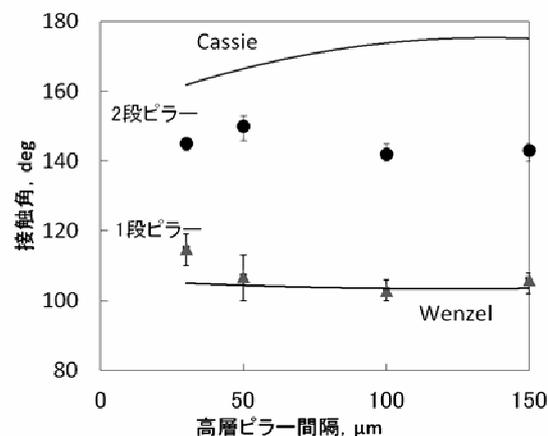


図 3 2 段ピラーにおける接触角変化

ーの高さおよび間隔が異なる場合でも、図 1 に示したプロセスによって、2 段ピラーがほぼ設計通りに形成されることが確認できた。

図 3 は、高層ピラー高さが 10 μ m の場合の 2 段ピラーの接触角変化を、低層ピラーがない場合と比較して示したものである。2 段ピラー構造では、いずれのピラー間隔の場合も接触角は 140°以上となった。これに対し、低層ピラーのない 1 段構造の場合、接触角は 100°程度であり、Wenzel モデルの式から計算した値とよく一致した。高層ピラー高さが高くなると、1 段構造でも、高い接触角となる場合があったが、低い場合もあり安定して高い接触角になることはなかった。

2 段ピラー構造が安定して高い接触角になる理由は、滴下時に高層ピラーの間に侵入する液の先端が、低層ピラーの存在によって底面と接触できず、Wenzel モデルの濡れになるのを阻

害するためと考えられる。

図 4 は、メッシュ構造における接触角の変化を、ホール幅と高さについて示したものである。プラズマ照射後の接触角変化はメッシュ高さの影響をほとんど受けていない。また、このとき、裏面からの観察から、Cassie モデルの濡れとなっていることがわかった。しかし、独立したピラー構造の場合とは異なり、接触角は Cassie モデルからの計算値と比べて小さくなった。接触角の実測値が Cassie のモデルによる計算値よりも小さくなるのは、メッシュ形状では、凸部上面が繋がっているため、独立したピラーと比べ濡れ広がりやすいためと考えられる。

3.2 2 段ピラーおよびメッシュの転落角

図 5 は、2 段ピラー上の液滴の転落角を測定した結果である。ピラー高さ、ピラー間隔によらず、転落角は 10~20°と低い値であり、2 段ピラー表面は、高い接触角を持つとともに、基板を傾けることによって液滴が表面上を転がり、容易に移動することがわかった。

一方、メッシュ上では、いずれの形状でも、液滴の転落は認められなかった。図 6 は、メッシュ構造(メッシュ幅 5 μm 、ホール幅 100 μm 、高さ 20 μm) 上の液滴形状を、傾斜させない場合と、90°傾斜させた場合で比較したものである。傾斜のない水平の場合の接触角は 120°程度とピラー構造と平坦面の中間の値となった。90°傾けたとき、液滴は大きく変形し非対称な形状となるが、転落することはなかった。

メッシュ形状の場合に液滴が転落しにくい原因は、メッシュでは凹部が独立しているため、液滴が移動しようとする凹部に残存する空気が負圧となり、液滴が表面から離れることを妨げるためと考えられる。

メッシュ形状の接触角が大きく転落しにくい特性は、液滴が表面積を小さくしながら動きにくくなるため、液滴の固定部として適していると考えられる。

3.3 2 段ピラーとメッシュを組み合わせた表面での液滴の移送と混合

図 7 は、2 段ピラー上の液滴を移送しメッシュ上で合体する様子を高速撮影した結果である。2 液滴は合体の直後ひょうたん形状となり、数 ms 後には BTB 水溶液が NaOH 水溶液側に回り込んだ。時間の経過とともに、液滴は変形

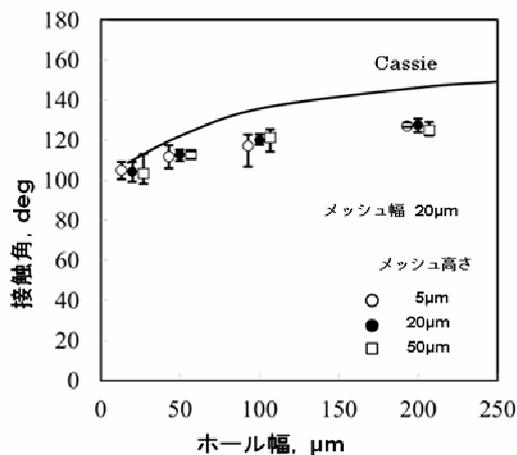


図 4 メッシュにおける接触角変化

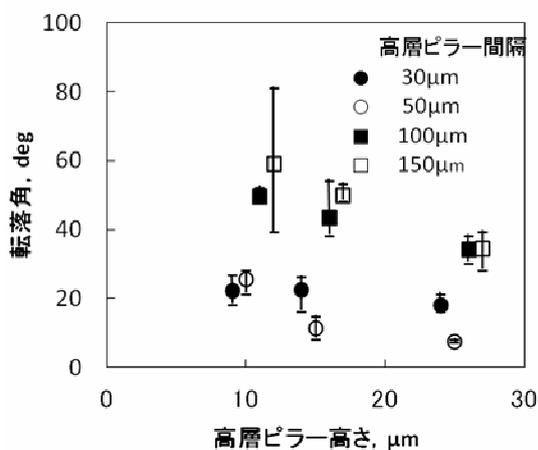
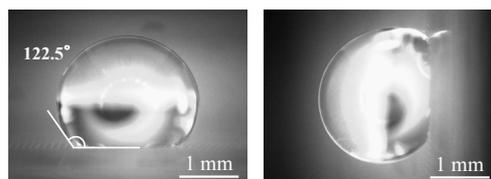


図 5 2 段ピラーにおける液滴の転落角



(a) 傾斜角 0° (b) 傾斜角 90°

図 6 メッシュ上の液滴形状

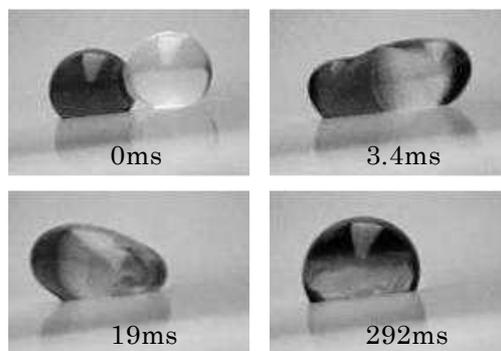


図 7 2 液滴の合体と混合による発色

しながら混合が進行し、約 10ms 後から 2 液の反応によって生じる青色の縞模様の渦が観察された。これは、2 液の表面張力差によってマランゴニ対流が生じているため³⁾と考えられる。液滴を用いた場合、2 液滴が合体した際のラプラス圧による振動とマランゴニ対流の二つの作用によって、混合が自発的に生じ、極めて短時間で反応が進行することがわかった。

4 結 言

SF₆ プラズマ照射を行った SU-8 の 2 段ピラー構造とメッシュ構造について、濡れ性と移送混合特性を調べ、以下の結果を得た。

- 1) 2 段ピラー構造は、低層ピラーが底面への濡れ広がりを阻害するため、接触角が大きく転落角は小さい。
- 2) メッシュ構造では、大きな接触角でも、液滴が表面に吸着し、傾斜によって転落はしない。
- 3) 2 段ピラーとメッシュを組み合わせた表面を用いることにより、2 段ピラー上の液滴を傾斜によって移送し、メッシュ上の液滴と混合することが可能である。
- 4) 表面張力差がある 2 液滴を是水表面で合体させると、マランゴニ対流と変形が生じ、短時間に自発的に混合する。

文 献

- 1) 小林誠也, 牧野英司, 峯田貴: 表面技術, 62, 2011, pp184-188
- 2) S.Kobayashi, E.Makino, T.Mineta, T.Komatsuzaki: Microelectronic Engineering, 88, 2011, pp1775-1778
- 3) Y. Ikezoe, S. Ishizaki, H. Yui, M. Fujinami, T. Sawada : Anal. Sci., 20, 2004, p435

プラスチックペレット品質管理システムの高度化開発

【経済産業省 平成 22 年度予備費事業 戦略的基盤技術高度化支援事業】

高橋義行 今野俊介 佐藤敏幸
佐藤忍* 長谷川純一* 小田あゆみ* 皆川 力*
佐藤健夫**

Development of The Advanced Plastic Pellet Quality Control System

Yoshiyuki TAKAHASHI Syunsuke KONNO Toshiyuki SATO
Shinobu SATO* Junnichi HASEGAWA* Ayumi ODA* Chikara MINAGAWA*
Takeo SATO**

1 緒 言

国内のプラスチック産業はここ十数年で 1400 万トン前後の生産量で推移しており、殆ど成長していない状況である。一方で、アジア諸国では毎年高い成長を続け、世界全体の 50%程度にあたる 1 億 5000 万トンの生産が見込まれている。こうした状況で、国内のプラスチック成形業界では、光学機器や医療機器向けなどの高透過率のプラスチック製品や、外装材用途などのカラープラスチック製品、微細コネクタ成形などの比較的付加価値の高い成形製品の生産を行っており、これが国際的な競争力の源となっている。しかし、その一方で、プラスチック成形の原料となるペレットの品質改善は頭打ちとなっており、その品質確保の負担が成形工程や成形製品の外観検査工程に積み残されている状態で生産が行われている。このため、従来型の目視による外観検査でのスクリーニングが求められ、検査コストの問題が避けられない状況にある。

こうした背景から、成形業界からは、安定した材料品質確保のためにプラスチックペレットの自動検査が求められてきた。しかし、透明なペレットではレンズの様な光学特性となり非常に複雑な見え方をすること、カラーペレットでは頻繁に行われる品種変えに応じた検査基準の再設定が煩雑であることなどから、こうした高付加価値製品向けのペレットの自動検査装置は

これまで実現できていなかった。また、近年注目を集める微細成形においてはペレット品質として形状の安定性も求められているが、ペレット形状を検査できる装置もまた未開発である。

この様な状況を受けて、従来の高精細ペレット検査装置をベースにして、独自照明技術や高度な画像処理技術を導入することにより、これまで実現されていなかった、①透明プラスチックペレット品質検査システム、②カラープラスチックペレット品質検査システム、③プラスチックペレット形状計測品質検査システムの開発を行った。

2 開発内容及び評価結果

2.1 PC モニタリングシステムの開発

従来のペレット検出装置の概観を図 1 に示す。材料ホッパから供給して自由落下させたペレットを落下経路中に設置した撮影ブースで照明を行い、

7400 画素のモノクロ高分解能ラインスキャンカメラ (TL-7400UC L, 竹中システム機器(株), 以後 LSC と記載) で撮影を行い、

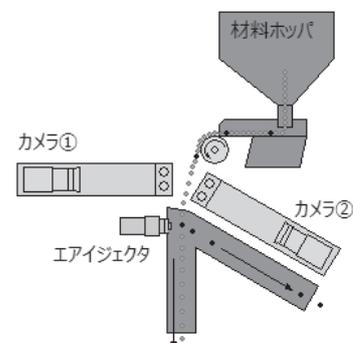


図 1 検査装置概要

*テクマン工業株式会社 **株式会社相田商会

ペレット内の異物の黒点の写り込みによるセンサ出力の低下を検出してエアージェクタを駆動し、異物除去処理を行う。今回開発したプラスチックペレットの検査装置にも同様の高分解能 LSC を搭載した。この LSC は毎秒 12700 ラインの撮影が行える。従って、横方向の空間分解能も縦方向の時間分解能も非常に高く、超高解像度の撮影が行える。しかし、こうした高解像度の LSC から出力される画像を表示できる高速、高精細の表示装置はないため実際にどのような画像が撮影されているのかを把握することは非常に困難であった。このため、光源の調整やカメラのフォーカス合わせなどは半ば人の勘に頼りながら作業を行ってきていた。装置開発に先立って、撮影画像の可視化を目的に PC モニタリングシステムを構築した。

本ペレット検査装置では、LSC による撮影データは CameraLink バス経由で専用の画像処理ボードへ入力され、そこで LSC の信号を評価して異物を検出している。開発機に搭載している専用の画像処理ボードでは、この CameraLink バスの信号を取り込む一方で、そのまま外部へも平行してスルー出力する機能も持っていることから、この信号を PC に実装したフレームグラバボード経由で取り込み、画像のモニタリングを行う構成とした。PC に CameraLink バス経由で映像信号を取得できるフレームグラバボード (IPM-8580CL-M, ㈱グラフィン) を実装し、ここで画像処理ボードから流れてくる LSC の信号を取得した。この際に、毎秒 12700 ラインの信号を 512 ライン単位で割り込み処理を行い、7400×512 のエリア画像としてフレーム画像を生成し、これを PC のモニタサイズにリサイズして出力した。

このモニタリングを実現する目的は大きく二

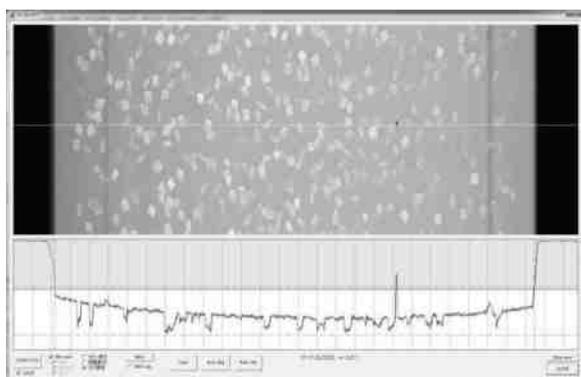


図 2 PC モニタリングシステム概観

つある。一つ目は、光源の明るさや周囲の環境の影響などによる現在の LSC の撮影状態をリアルタイムで確認できる環境を実現すること、二つ目は、撮影されたペレットなどの画像を保存して詳細に観察し、綿密な分析を行うことである。このため、撮影モードはそれぞれの目的に合わせて、リアルタイムモニタリングモードとレコーディングモードの 2 種類を開発した。リアルタイムモニタリングモードでは、現在の撮影画像をフレーム化してモニタへ出力するという作業を PC の性能が許す範囲で迅速に延々と繰り返す。これにより、現在の撮影状態をリアルタイムで把握しながら、撮影条件の調整などを効率良く行えるようになった。モニタリングソフトウェアの概観を図 2 に示す。通常モニタリング用途のモノクロ表示機能と、コントラストを強調して確認するための疑似カラー表示機能を搭載している。一方、レコーディングモードでは、約 10 秒間のペレットの落下画像を数百枚の連続した静止画像として保存し、観察時にはこの画像を時系列でシームレスに連結して一枚の縦長の画像のように自由にスクロールして観察できる機能も有している。また、ラインプロファイル表示機能も有しており、観察画像上にセンスラインを配置してプロファイル観察を行うことができる。このセンスラインはマウス操作で移動可能で、画像上の任意の位置のラインプロファイル波形を詳細に確認することが可能である。これにより、検査用の判定レベルの評価や、ペレットの落下画像を詳細に分析することが可能となった。また、2 台の LSC モニタも可能なマルチモニタリング機能も実装し、画像中の任意のラインプロファイルも観察できるようにした。

2.2 透明プラスチックペレット品質検査システムの開発

透明なプラスチックペレットは一般にロッドレンズまたはボールレンズの様にみえるため、周囲の環境を广角で映し込む光学系となり良品ペレットの安定した画像を得ることが困難であった。これが検査装置実現の障害となっている。透明ペレット中の異物を検出するためには、ペレット内の反射と屈折により生じる明暗を可能な限り低減し、異物のみが高いコントラストとなる画像を取得する必要がある。このためには、ペレット周囲からの照明光を均一にし、ペレットの明暗

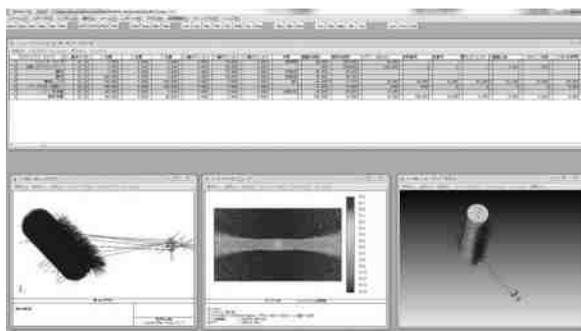


図3 ドーム照明シミュレーション結果

のコントラストを低減する必要がある。

我々はこの照明環境を屈折率の高い透明体に応用することで明暗の低減が可能か、シミュレーションにより評価した。シミュレーションでは、検査装置のカメラ撮影エリアにおける照明部を実寸でモデリングし、実際の照明条件を再現した。そこに透明なペレットを模した円筒モデルを置いた場合のカメラ側からの見え方のシミュレーションを行った。ペレットモデルの素材はアクリルとし、配置は比較的光の散乱が大きくなり厳しい条件となるよう、カメラ撮影の光軸に対して45deg傾けた。ドーム照明光学系のモデルは、円筒内面に面発光体を配置して撮影窓のスリット部分のみ開放した。このモデルによるシミュレーション結果を図3に示す。この結果を見ると、ペレットモデル部分に大きなコントラストは生じておらず、ほぼ影の生じない状態で撮影できることが予想される。

この実験結果を踏まえてドーム照明を試作し、検査装置の撮影ブースに設置した。また、撮影画像のモニタリングを行いながら影として映る部分に追加照明を設置する対策なども行った。加えて、撮影背景の安定化のために、従来2台のカメラで対向して撮影する構成であったが、これを1台として、従来の対向カメラの観察窓部を塞ぐ形で背景板を設置して、背景の明るさの安定化も図った。

この結果、従来の撮影画像と比較して、透明ペレットに対して陰影の少ない比較的安定した画像が取得できるようになった。この環境において異物検出テストを行った。処理能力を0.5t/hrの設定として、異物直径1mm、0.5mm、0.3mmについて検出率を5回計測した。この結果、排除率平均0.69%の感度で、検出率平均はそれぞれ、

70%、52%、34%であった。

2.3 カラープラスチックペレット品質検査システムの開発

従来のプラスチックペレット品質検査装置における検査のアルゴリズムは、背景レベルをメモリ上に記憶しておき、そのレベルに対して著しく強度の低下があった場合に、反応したセンサの位置に応じたエアージェクタを動作させて落下して来たペレットを除去するというものであった。しかし、この場合、判断材料として輝度情報しかないために感度のダイナミックレンジが狭く、調整が難しいという課題がある。このため、ペレットの色調が変化するとその都度感度を非常にシビアにチューニングする必要があった。このチューニングにより検査そのものは実現できるが、微妙な明るさの変化やワークの表面状態の僅かな変化で誤判定が生じ易く、その都度調整を行いながら稼働させるような運用となっていた。多様な色彩を有するカラーペレットに対して柔軟に対応可能で且つ安定的に動作可能な検査装置を実現するためには、こうしたセンシティブな状況は避ける必要がある。このため、センサ感度のダイナミックレンジに、ある程度余裕を持てるようなシステムを開発する必要があった。

カラーペレットに対応するシステムでは、カラーカメラを採用し、カラー画像に対応した異物検出アルゴリズムの開発を行った。カラーカメラのRGB信号は一旦YUVという色空間へ変換して、輝度成分と色調成分に分離して評価を行うこととした。図4にRGB-YUV画像変換例を、図5に相互座標軸の関係を示す。

	原画像	Y	U(Cb)	V(Cr)
白				
黒				
赤				
青				

図4 RGB-YUV画像変換例

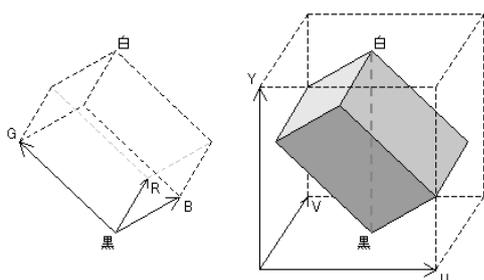


図5 RGB-YUV 座標軸

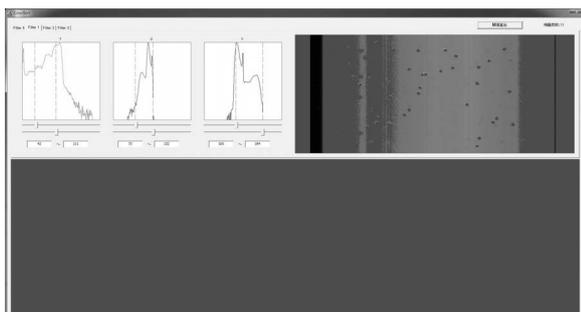


図6 フィルター自動構築ソフトウェア

カメラで撮影される画像に映り込む色は、基本的に背景と検査対象となるペレットの色ということになる。従って、どちらかに該当すれば、それは検査では除去対象ではないという考え方に基づいて、通過型フィルター形式の画像処理アルゴリズムを構築し、これを専用の画像処理ボードの FPGA に実装する。この画像処理ボードを利用することで、カラープラスチックペレット検査システムを実現した。

この検査用の通過型フィルターの構築処理は、PC モニタリングシステムをベースにして専用ソフトウェアを開発している。フィルター自動構築ソフトウェアの概観を図6に示す。撮影画像の色情報のヒストグラムを解析して自動でフィルター構築を行うことを目標としている。評価用に、撮影画像中の背景及びペレットを通過するフィルターの構築を行って動作確認したところ、通過フィルターから外れる色情報を持つ異物がエアージェクタで排除されることを確認した。

2.4 プラスチックペレット形状計測品質検査システムの開発

2.4.1 PC ベースシステム開発

従来のプラスチックペレット品質検査装置では、LSC 出力を画像処理ボードで判定して異物除去の処理を行っているが、ペレットの形状計測用途への対応を検討する場合、現状のシステムの

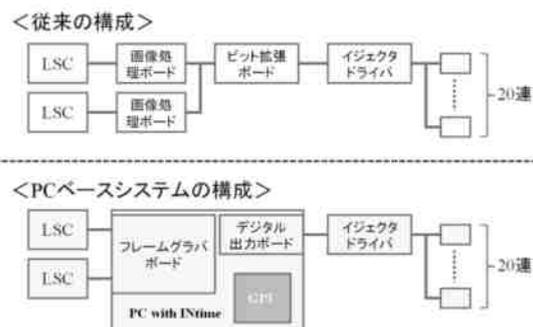


図7 システム構成の比較

延長線上では次の様な課題が生じる。①現在の画像処理ボードベースのシステムでは画像保持用のメモリもデータ処理能力も不足する。②性能向上のための新しいハードウェアへの移行や画像処理アルゴリズム開発のハードルが高い。③画像処理ボードはカスタム品であるため供給寿命が懸念される。

こうした点を踏まえて PC ベースのシステムへの移行を視野に入れて開発を進めることとした。PC ベースとすることで、PC の性能向上やコスト低減の恩恵を即座に享受することができ、GPGPU (General-purpose computing on graphic processing units : GPU による汎用計算利用) などの最新の強力な演算技術を利用することもできる。また、旧モデルから継承している制御回路部の冗長性を排除するために専用の外部 I/O 制御ボードの開発も行った。従来のシステム構成との比較を図7に示す。

2.4.2 リアルタイム制御システム開発

装置化するためにはエアージェクタのリアルタイム制御が必須となることから、本システムの開発では、Windows と親和性の高い INtime と呼ばれるリアルタイム OS を導入した。INtime は Windows と共存しながら、相互に通信して協調動作することができることから、Windows アプリケーションが画像処理を行い、その結果に応じた装置のリアルタイム処理を INtime が担って時間保証するというシステム構成となる。

本システムに利用している PC には8コアを持つ Intel 製の CPU Core i7 を搭載しているが、この8コアの内、1コアを INtime が使用し、残りの7コアを Windows が使用する設定としている。本システムに採用したフレームグラバボード (APX-3312A, 株アパールデータ) は、メーカーから INtime に対応するドライバが提供されて

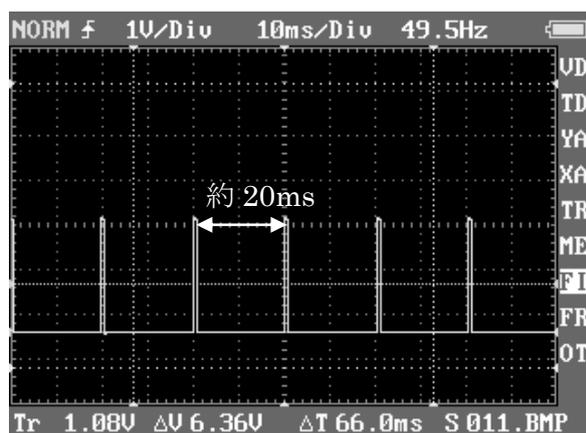


図8 INtimeによるデジタル出力

おり、このドライバにより特定のフレーム数取得時に割り込み信号を得ることができる。この割り込み信号はフレーム取得間隔に対して非常に正確な時間で出力される。PCでは、INtimeによってこの割り込みから一定の遅延時間を補償してイジェクタ制御信号を出力する。テストプログラムによりLSCで256ライン取得毎にデジタル出力する実験を行った。結果を図8に示す。LSCのラインレートは12.7kHzであり、256ライン取得時間は20.2msとなる。オシロスコープで観察した出力波形を図8に示す。これより、パルス間隔も約20msであり、理論値とほぼ一致している。通常、WindowsによるI/O制御ではmsオーダーのバラツキがあり、このような時間保証できないことを考えるとINtimeによって確実にリアルタイム性が確保されていることが確認できた。

2.4.3 外部I/O制御ボード開発

装置開発のベースとなる従来モデルからカメラの高解像度化を果たしており、これに伴いイジェクタ数を従来の16ヶ所から20ヶ所に増設していることや、新規の画像処理ボード開発に伴って外部I/O制御ボードの作業の一部を画像処理ボードへ集約したことから、従来の外部I/O制御回路部には様々な冗長性が残った形になっていた。このため、その冗長性を排除し、処理回路を内製化して安定供給できるようにすることとコスト低減を図るために専用の外部I/O制御ボードを開発した。

制御ボードでは、2枚の画像処理ボードからの異物検出信号を統合して、一定時間の遅延を加えながらイジェクタドライバを駆動する。制御のコ

アには回路規模などから、書き込み可能なロジックICであるCPLD (Complex Programmable Logic Device)を採用し、従来20個のCMOS標準ロジックICで構成されていた基板をCPLDに置き換えることで、基板サイズは約半分となり、部品点数も大幅に削減して基板コストを大きく低減した。

2.4.4 形状計測アルゴリズムの開発

ペレットは自由落下中にLSCで撮影されることから、その姿勢は非常に不安定なものとなる。その中でペレット形状を評価するためには、撮影画像からペレットの姿勢を判断して、その後形状を計測する作業を行う必要がある。このため、姿勢判定アルゴリズムの開発を行い、形状計測を適用する処理を構築し、更にその処理時間が検査装置における撮影からイジェクトまでの時間内に収まる様に高速化する必要がある。これらの評価をスキャナベースのシステムで構築して評価を行った。

まず撮影画像からペレット認識を行い、その特徴量として、面積、重心、重心を中心とした長径と短径、輪郭距離などを計測する。ペレットの姿勢は長方形に見えるか楕円に見えるかで判別が可能と思われ、姿勢判別を円形度(面積÷輪郭距離の二乗)で評価してみた。この結果を図9に示す。この結果から、円形度では識別困難であることが分かった。一方で、画像を見た感じでの識別は可能であると思われたことから、ニューラルネットワーク(以後NNと記載)による識別処理を試みた。NNの構成を図10に、姿勢判別の結果を図11に示す。この結果から、NNに依って良好に姿勢判別できることを確認できた。

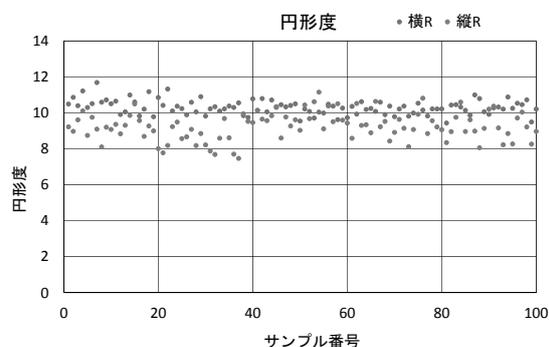


図9 円形度による姿勢判別

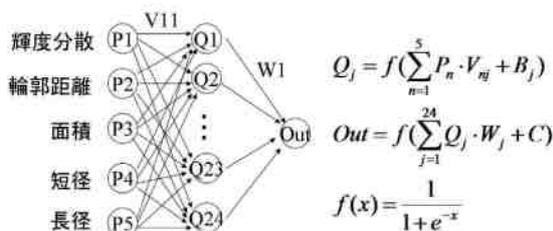


図 10 ニューラルネットワークの構成

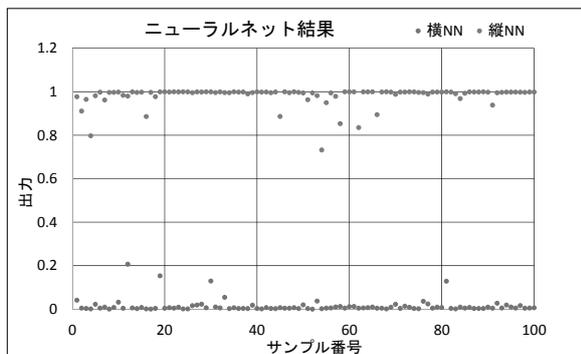


図 11 NN による姿勢判別

以後、この姿勢判別結果に基づいてペレット形状の分析・計測を行う。

次に処理時間に関する評価を行った。PC における画像処理時間短縮の手段として、GPU (Graphic Processing Unit) による並列化を行う GPGPU と、マルチコア CPU (Central Processing Unit) である Intel 製 Core i5 (動作周波数 2.8GHz, コア数 4) による並列化を行う Open MP を評価した。GPGPU には動作クロックが比較的高速なもの (GeForce GTX450: 動作

表 1 画像処理時間内訳

処理内容	処理時間 ms			
	通常処理	GTX450	GTX580	OpenMP
二値化	17.12	17.16	17.37	17.25
ラベリング	239.61	239.72	236.31	238.75
メモリ確保	0.09	0.07	0.07	0.08
特徴量抽出	39.15	39.21	39.18	39.24
元画像コピー	6.05	5.68	5.59	6.39
長径算出	706.63	518.95	172.33	183.52
輪郭算出	189.26	32.20	32.00	22.72
形状判別	10.70	10.94	10.80	10.95
合	1208.61	863.93	513.65	518.90

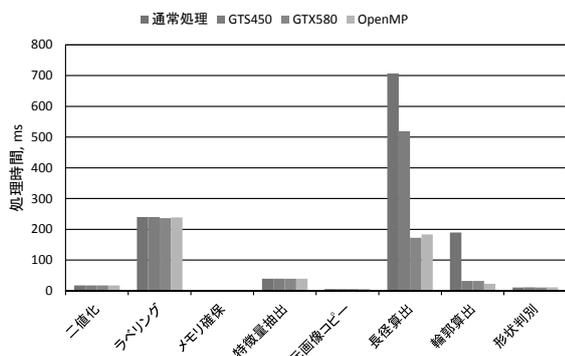


図 12 画像処理時間の比較

周波数 1.766GHz, コア数 192), コア数の比較的多いもの (GeForce GTX580: 動作周波数 1.54GHz, コア数 512) を用いた。評価では、ペレット検出, NN による姿勢判別, 面積・径・輪郭距離計測までの処理時間を計測した。処理時間の内訳を表 1 に、比較結果を図 12 に示す。この結果、コア数の多い GPGPU のケースで最も処理時間が短くなり、並列化を行わなかった場合と比較して 2 倍以上高速化された。また、この処理を実際のペレット検査システムで撮影した画像に適用して処理時間を計測したところ 84.32ms となり、画像取得からイジェクタ動作までの遅延時間として想定している 100ms 以内に収まることを確認した。

3 結 言

本研究では、透明体、カラー、形状計測用途のプラスチックペレット品質検査装置の開発を行い、透明体とカラー対応機については製品化に至った。また、形状計測システムについても動作原理確認を行うことができた。それぞれの開発の結果は以下の通りである。

- 1) 計測装置開発用に LSC 画像を PC でモニタリングするシステムを構築した。
- 2) 透明プラスチックペレットを無影撮影できるドーム照明撮影ブースを構築し、透明ペレットの検査を実現した。
- 3) カラー画像処理用に YUV 空間における通過型フィルタによる検査方式を導入した画像処理ボードを新規に開発した。
- 4) カラー画像処理用のフィルタ自動構築ソフトウェアを開発した。
- 5) 専用外部 I/O 制御ボードを開発し、システムの冗長性を廃し、省スペース化と基板コストの大幅な低減を図った。
- 6) PC システムにおいて、NN を用いた安定的な姿勢判定処理を開発した。
- 7) 同様に、Open MP と GPGPU による並列化処理による高速画像処理の実装を行い、処理時間の比較を行った。

県産紅花を活用したニット原系の開発

平田充弘 小関隆博 渡邊健

Modification of Wool Yarn by Cationization and Dyeing Properties with Pigments of Safflower

Mitsuhiro HIRATA Takahiro KOSEKI Takeshi WATANABE

1 緒 言

本県はかつて紅花商人が財を成す程の全国有数の紅花の生産地であった。現在、県内で栽培されている最上紅花は¹⁾、戦後、品種改良によって優良種を選定したものである。県産紅花の加工品には乱花、すり花、紅餅があるが、乱花はお茶など食用として、すり花、紅餅は染色用として一般に用いられている。紅花に含まれる黄色と赤色の色素のうち、食用には水溶性の黄色素、染色用には難溶性の赤色素を用いることが多い。また、すり花や紅餅に含まれる赤色素の含有量は発酵過程を経るため、乱花より高い値を示すことが分かっている^{2,3)}。この赤色素は、主成分がフラノボイド配糖体のカルタミンである⁴⁾。耐熱性が低く、pHによって水溶液の溶解性や色相が変化するため、草木染めの際は適性温度とpHを選択することが重要になる⁵⁾。

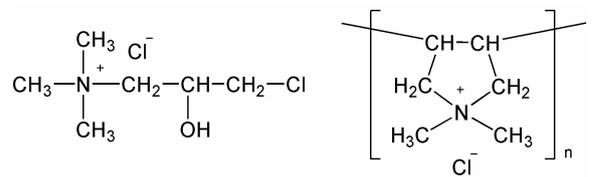
タンパク質である羊毛はアミド結合を有するため、酸性染料を中心に含金染料、反応染料と染料の適応範囲は広い。しかし、羊毛は湿潤によりスケールが開口すると、摩擦により繊維の絡み合いが生じ、縮充(フェルト化)に繋がる。このため、羊毛では重ね染めが容易でなく、低温で行う紅花染めで濃色に染める場合は工夫が必要となる。

繊維素材の染料に対する吸着性を向上させるには、第4級アンモニウムイオンをもつカチオン化剤がよく用いられる(図1)。このうち、3-クロロ-2-ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウムクロライドは、ヒドロキシプロピル基を環化させた後、アルカリセルロースなどと反応させて改質加工を行うが、羊毛ではアルカリ下でシスチン部位が分解し劣化することが知られている⁶⁾。そのため、これまで羊毛ではポリ(ジメチルジアリルアンモニウムクロライド)など高分子カチオン化剤を用いて被覆させる方法が行われている⁷⁾。特に、表皮のスケールを除去した後、ポリアミド

アミン-エピクロロヒドリン樹脂で被覆させた羊毛は、防縮性の高い素材として広範に用いられている。

現在、本県のニット関連業では希少性が高い素材やデザイン企画等で廉価品との差別化を図ることが求められている。また、従来の大量生産方式では採算が見込めない場合も多く、梳毛糸では極細繊維に機能性を付与したり、意匠撚糸で柄を作成したりするなど高付加価値化が必須となっている。一例として、最近、筆者らは県内企業と共同で抗ピル性と防縮性をもつ極細梳毛糸の開発を行っている⁸⁾。

平成22、23年度に取り組んだ本事業では、県産紅花から抽出した色素を用い、県内製の梳毛糸を染色することで、紅花染め製品を従来の絹織物からニット分野へ応用することを図った。特に、羊毛を改質する際は風合いを保持させるため損傷度をなるべく抑える方法を模索した。本報告では、3-クロロ-2-ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウムクロライドによる梳毛糸のカチオン化改質の適正化の検討、得られた改質糸とポリ(ジメチルジアリルアンモニウムクロライド)による改質糸の紅花色素の染色性の検討を行った結果を報告する。



3-クロロ-2-ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウムクロライド

ポリ(ジメチルジアリルアンモニウムクロライド)

図1 カチオン化剤の構造

2 実験方法

2.1 供試材

梳毛糸は(株)ヒラシオ製 2/48 ロータス(21 μm

メリノウール)を用いた。カチオン化剤は一方社油脂工業(株)製カチオン CN KCN, ニットーボーメディカル(株)製ダンシェード 185 を用いた。紅餅は山形県紅花生産組合連合会から購入した。

2.2 加工条件

カチオン化加工は, ステンレス製ビーカーに総糸 3 g, 所定量のカチオン化剤, 水酸化ナトリウムを加え, 浴比 1 : 60 として目的とする pH に調製した後, 試験機に Mathis 製 Labomat BFA-8 を用い, 回転速度 5 rpm, 所定時間, 所定温度にて行った。加工後, 5 mL/L 酢酸溶液にて中和し, 水洗後, 自然乾燥した。

2.3 染色条件

紅花色素の抽出は常法により, 黄色素は紅餅の水抽出液を用いた。赤色素は, 十分水洗を行い黄色素を除いた紅餅を炭酸ナトリウム 5 g/L 溶液で赤色素を溶出し, クエン酸 9 g/L で中和後, 脱脂綿に吸着させてから, 再び水洗して炭酸ナトリウム 5 g/L 溶液で赤色素を溶出し, クエン酸 9 g/L で中和し pH 6.5 とした。染色液の濃度は, (株)島津製作所製, 紫外可視分光光度計 Multi Spec-1500 にて赤色素は 520 nm, 黄色素は 410 nm の吸光度を基準とした。染色は, 改質糸 3 g に抽出液を加え浴比 1 : 60 にし, 東京理科器械(株)製, 恒温振盪水槽にて 40 °C, 50 分間, 適宜ガラス棒でかき混ぜて行った。染色後 5 mL/L 酢酸溶液にて中和し, 水洗後, 自然乾燥した。

2.4 特性評価

染色糸の表面染色濃度(K/S)_λ, L^* , a^* , b^* は, X-Rite 製 SP88 を用いて測色して求めた。特に, (K/S)_λは $\lambda = 520$ nm における分光反射率から求めた[$K/S = (1 - R)^2 / 2R$; K 吸収係数, S 散乱係数, R 反射率]。染色糸の伸びは, (株)オリエンテック製テンシロン環境可変型材料試験機 UTM-4-100 にて, つかみ間隔 20 cm, 引張速度 20 cm/分で 10 回試験の平均から求めた。電子顕微鏡観察は, 白金蒸着した試料を FEI 製 Quanta 400 にて行った。赤外分光測定は, ATR 法により Perkin Elmer 製 SYSTEM2000 にて行った。

3 実験結果および考察

3.1 梳毛糸のカチオン化加工

カチオン CN KCN による梳毛糸のカチオン化加工は, 総糸のビーカー試験で行った。総糸はコーン糸を枠周 1 m の 70 回巻きにして作成し

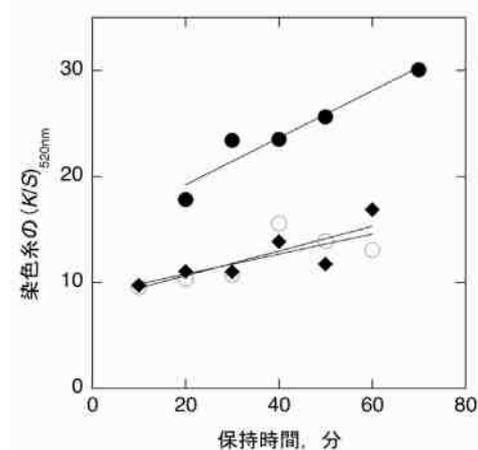


図 2 カチオン化加工の温度と染色糸の表面染色濃度(K/S)の関係(カチオン KCN 200g/L, 加工温度 : ● 80 °C, ◆ 70 °C, ○ 60 °C)

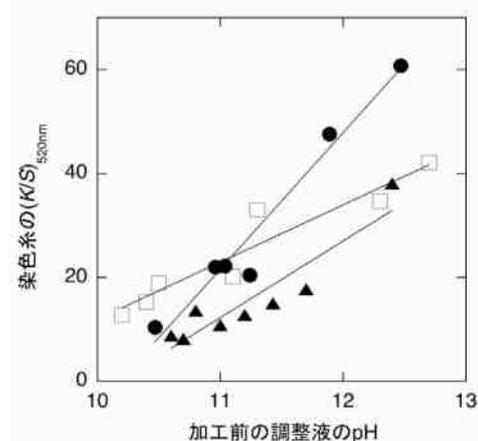


図 3 カチオン化加工の pH と染色糸の表面染色濃度(K/S)の関係(カチオン KCN : ● 300 g/L, □ 200 g/L, ▲ 100 g/L, 加工温度 80 °C)

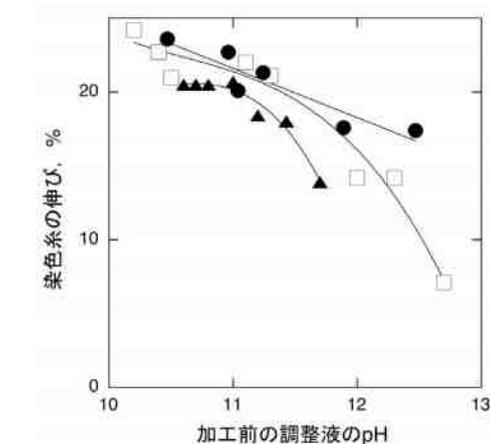


図 4 カチオン化加工の pH と染色糸の伸びの関係(カチオン KCN : ● 300 g/L, □ 200 g/L, ▲ 100 g/L, 加工温度 80 °C)

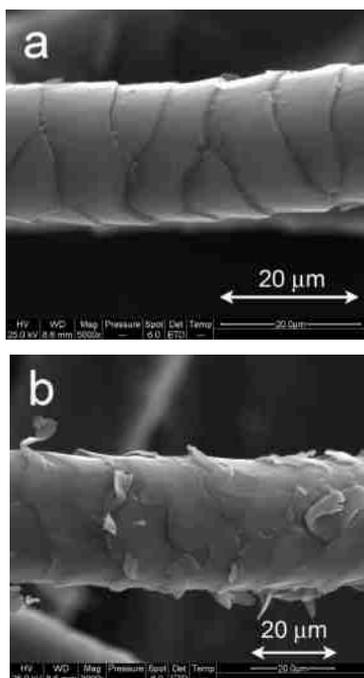


図5 染色糸の電子顕微鏡写真(カチオン化加工における調製液のpH: a; pH 10.3, b; pH 12.0)

た。カチオン化剤と水酸化ナトリウム/炭酸水素ナトリウム溶液は均一に混合した後、pHを測定してから総糸を浸漬して加工を行った。加工後、1.0% o.w.f. C.I. Direct Red 81を染料に用い、浴比1:60、40℃で30分間染色した。

図2は、カチオン化剤200 g/L、加工液のpH 11の時の所定温度における保持時間と染色糸の表面染色濃度の関係を示している。いずれの温度でも表面染色濃度は時間と共に増加したが、加工温度60℃、70℃に対し、80℃の結果が大きく上昇している。このことから、羊毛とカチオン化剤の反応は80℃以上で大きく進行することが考えられる。

図3、4は加工温度を80℃、カチオン化剤を100 g/L、200 g/L、300 g/L、水酸化ナトリウムの量を変えて所定のpHにして加工を行った時の表面染色濃度と染色糸の伸びの関係を示している。水酸化ナトリウム/炭酸水素ナトリウムの緩衝液では、加工前後のpHの変化は1以下であった。表面染色濃度はpHが10を超えるとpHの増加とともに上昇した。また、加工剤の濃度を上げると上昇の割合が増加した。一方、染色糸の伸びはpHが11を超えると急激に減少した。また、加工剤の濃度を上げると伸びの減少が低下した。これらから、羊毛とカチオン化

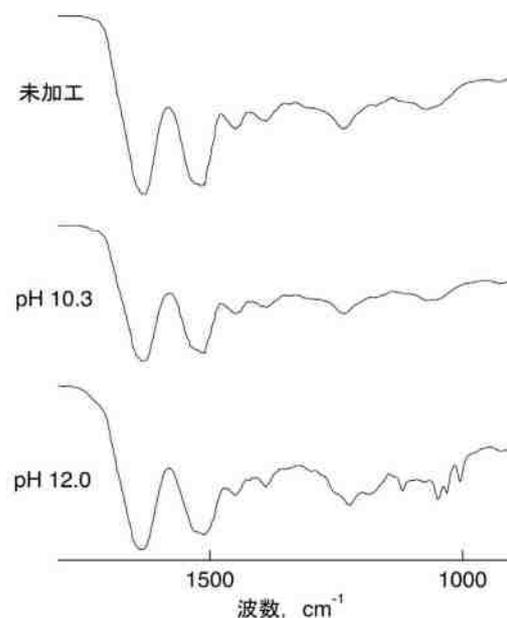


図6 染色糸の赤外分光スペクトル

剤の反応はpHが高い方が進行するが、羊毛の損傷も大きくなることがわかる。また、カチオン化剤の濃度を上げると、羊毛との反応率が増加すると共に、一定の損傷率の低下も認められた。

図5、6は加工温度80℃、カチオン化剤200 g/L、pH 10.3と12.0で加工し染色を行った糸の電子顕微鏡写真と赤外分光スペクトルである。加工をpH 10.3で行った時の染色糸は、伸びが22.7%だった(未加工糸24.0%)。電顕写真の側面にはほとんど損傷がみられず、赤外分光スペクトルも未加工糸とほとんど変わらなかった。一方、加工をpH 12.0で行った時の染色糸は、伸びが14.2%だった。電顕写真の側面には表皮のスケールの剥離がみられ、赤外分光スペクトルにも1000–1300 cm⁻¹にいくつか新たなピークが確認できた。このことから、pH 12.0ではアミド結合の加水分解が起き、pH 10.3ではほとんど起きなかったと考えられる。

カチオン化剤とアルカリセルロースの反応は、1級のナトリウムアルコキシドのエポキシ基への求核付加が優先的に起きる。一方、羊毛ではカチオン化剤と類似構造のエピクロロヒドリンを用いた場合、チロシン部位のフェノール基と優先的に反応することが知られている(図

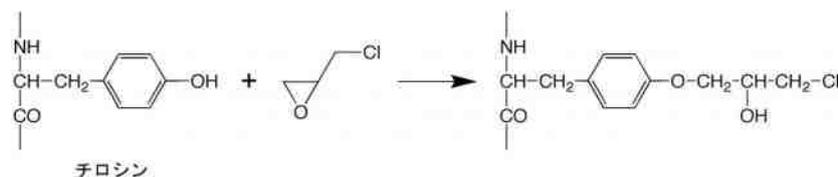


図7 エピクロロヒドリンと羊毛の反応機構⁹⁾

7)⁹⁾。そのため、カチオン化梳毛糸の繊維損傷が低い場合は、同様の反応が進行し、チロシン部位に優先的にカチオン基が結合していることが推測される。

3.2 紅花染めと染色性の評価

紅花染めは、カチオン KCN およびダンシェード 185 で加工した糸を紅花の赤色素抽出液と黄色素抽出液を配合した染色液で行った。濃度は、カチオン KCN は 200 g/L に水酸化ナトリウムを 13 g/L、ダンシェード 185 は 50 g/L に炭酸ナトリウムを 7 g/L にし、共に浴比 1 : 60, 80 °C, 40 分間で加工を行った。染色液は、予め赤色素は 520 nm の吸光度, 黄色素は 410 nm の吸光度を求めておき, 吸光度の総和が 0.65 となるよう 25 段階に配合し, 希釈して調製した。染色は一浴で, 40 °C, 50 分間行った。

図 8 は, 染色糸を測色して求めた $L^*a^*b^*$ 表色系の明度, 色相, 彩度を表している。カチオン KCN で改質, 染色した糸は, ダンシェード 185 を用いたものに対し, a^*b^* 色度図や, 赤色素濃度に対する L^* の直線性が高い傾向にあった。錯塩染料の 2 色配合染色において, 低濃度域では彩度の直線性が高くなることが報告されているが¹⁰⁾, 本結果も同様となったのではないかと考えられる。ダンシェード 185 では赤色素の濃度が高くなると直線性が失われる傾向があり, カチオン KCN による染色糸の方が抽

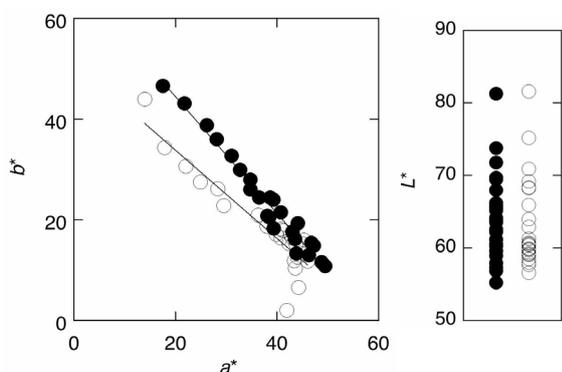


図 8 紅花赤色素と黄色素により配合染色したカチオン化梳毛糸の $L^*a^*b^*$ 表色系による明度, 色相, 彩度の表示(● カチオン KCN, ○ ダンシェード 185)

出液の配合比に対応した結果となったと考えられる。

4 結 言

梳毛糸のカチオン化加工の適正化と紅花染めの染色性について検討を行った結果, 以下の知見が得られた。

- 1)カチオン KCN の使用は, 糸の伸びと表面染色濃度を考慮すると, pH 10-11 で 150 g/L 以上用いることが適切である。
- 2)カチオン KCN による改質糸の同浴染色での表面染色濃度は, 未加工糸の 5 倍, ダンシェード 185 による改質糸の 1.5 倍示す。

文 献

- 1) 岡崎幸吉, 安藤明子, 小野恵二, 今野周 : 山形県立農業試験場研究報告, 23(1988)79.
- 2) 森岡裕人, 石塚健, 大場剛, 村川敬二, 木山英俊 : 山形県工業技術センター報告, 18(1986)6.
- 3) 長岡一郎, 笠原義正 : 山形県衛生研究所報, 35(2002)12.
- 4) 小野寺準一:化学と工業, 58(2005)1405.
- 5) 安部一男, 渡辺健 : 山形県工業技術センター報告, 19(1987)40.
- 6) 野田栄造, 浅井弘義 : 繊維加工, 49(1997)101.
- 7) 大嶋英行, 上野和義, 池田義光, 小柴多佳子, 木村千明 : 繊維加工, 48(1996)423.
- 8) 平田充弘, 小関隆博, 尾形広行, 日比野伸, 佐藤功一 : 山形県工業技術センター報告, 43(2011)47.
- 9) 坂本宗仙, 小原奈津子, 若林宗宏, 西本信, 中山文孝 : 織学誌, 40(1984)T-113.
- 10) 渡辺孝雄, 小林敏広, 望月政夫 : 茨城県工業技術センター研究報告, 14(1985)89.

米麴を用いた発酵食肉加工食品の開発

飛塚幸喜 安食雄介 野内義之

Development of The New Food which Fermented Meat by Malted Rice

Koki TOBITSUKA Yusuke AJIKI Yoshiyuki NOUCHI

1 緒言

日本では全国各地で古くから多種多様な発酵食品が食されてきた。美味しく健康にも良いなどのイメージもあり、現在もその人気は高い。近年の「塩麴」ブームはその代表的な例である。

日本の発酵食品のうち植物性原料のものは野菜漬物はその代表で、種類、消費量とも非常に多い。一方、動物性原料の発酵食品は、水産物を原料としたものは多いものの（塩辛、魚醤油、鰹節など）、畜産物を原料としたものは発酵乳製品（チーズ、ヨーグルトなど）をのぞき極めて少ない。よって新たな発酵食肉加工食品の開発は新規性が高く、消費者への大きなインパクトが期待される。

本研究では、県産農畜産物を活用した新たな発酵食肉加工食品の開発を最終目標に定め、いくつかの基礎的データの採取を行った。本報では、畜肉を米麴で発酵させた際の肉のうま味成分（遊離アミノ酸およびペプチド）含量の変化および米麴を添加して調製したソーセージの官能評価結果について報告する。

2 実験方法

2.1 牛および豚肉の米麴処理

牛または豚ひき肉（18 g）と市販の米麴粉末（2 g）を混合後ポリエチレン製袋に密閉して 20 °C に保持し、2、4、8 および 24 時間経過時に分析用試料を採取（約 1 g）した。米麴粉末を添加せずに同様の操作を行ったひき肉をコントロールとした。

2.2 米麴処理肉の遊離アミノ酸およびペプチド含量測定

試料に 9 倍量の 2 % (w/w) スルホサリチル酸水溶液を加えてホモジナイザで均質化した後、遠心分離（16350 G × 20 分間）して得られた上清を分析した。アミノ酸分析キット

(EZ:faast, (株)島津ジーエルシー) で遊離アミノ酸を定量し、牛血清アルブミンを標準タンパク質として Lowry 法で分析した値をペプチド量とした。

2.3 米麴粉末を添加したソーセージの調製および官能評価

豚ひき肉（100 g）、牛ひき肉（80 g）、米麴粉末（20 g）、氷（40 g）、食塩（3.6 g）、ショ糖（1.0 g）、白コショウ（0.5 g）、オニオンパウダー（0.2 g）、オールスパイス（0.2 g）、ガーリックパウダー（0.2 g）、アスコルビン酸ナトリウム（0.11 g）および亜硝酸ナトリウム（0.03 g）をチョッパーで混合した後、コラーゲン製ケーシング（直径約 19mm）に充填してソーセージとした。また米麴粉末を添加せず豚ひき肉を 120 g として調製したソーセージをコントロールとした。これらを 20 °C で 8 時間保持した後、75 °C で 30 分間ボイルして官能評価した。30 から 50 歳代の男性 10 名、20 から 40 歳代の女性 7 名をパネルとした。

3 実験結果および考察

3.1 うま味成分の変化

米麴で処理した牛または豚ひき肉の主な遊離アミノ酸濃度およびこれらを各々の閾値で除した値を表 1、2 に示した。牛、豚ひき肉ともにほとんどの遊離アミノ酸が経時的に増加した。牛ひき肉ではリジンの増加率が最も高く、24 時間後には原料牛ひき肉の約 9.6 倍に増加し、次いでロイシン（6.6 倍）、メチオニン（5.8 倍）、グルタミン酸（5.4 倍）、フェニルアラニン（4.7 倍）などが大きく増加した。豚ひき肉ではロイシンの増加率が最も高く（9.2 倍）、次いでリジン（8.2 倍）、メチオニン（8.0 倍）、フェニルアラニン（7.2 倍）、イソロイシン（6.5 倍）などが大きく増加した。肉の代表的なうま味成

表 1 麴処理牛ひき肉の遊離アミノ酸濃度と閾値との関係

アミノ酸	閾値 ^{*1)}	味 ¹⁾	アミノ酸濃度* (アミノ酸濃度/閾値)				
			0 時間	2 時間	4 時間	8 時間	24 時間
Ala	6.73	甘, 旨	3.31 (0.49)	3.84 (0.57)	4.14 (0.61)	5.00 (0.74)	8.08 (1.20)
Asp	0.23	酸, 旨	0.00 (0.00)	0.00 (0.00)	0.07 (0.31)	0.34 (1.51)	0.72 (3.21)
Glu	0.34	旨, 酸	0.56 (1.64)	0.69 (2.03)	0.77 (2.27)	1.28 (3.78)	3.26 (9.59)
Gly	14.65	甘	0.78 (0.05)	0.93 (0.06)	1.11 (0.08)	1.36 (0.09)	1.67 (0.11)
His	1.29	苦	0.90 (0.70)	1.05 (0.81)	1.16 (0.90)	1.41 (1.09)	1.99 (1.54)
Ile	6.86	苦	0.36 (0.05)	0.51 (0.07)	0.62 (0.09)	0.92 (0.13)	1.71 (0.25)
Leu	28.97	苦	0.84 (0.03)	1.32 (0.05)	1.78 (0.06)	2.84 (0.10)	6.39 (0.22)
Lys	3.42	甘, 苦, 旨	0.72 (0.21)	1.60 (0.47)	2.24 (0.65)	4.48 (1.31)	6.58 (1.92)
Met	2.01	苦, 旨	0.35 (0.17)	0.50 (0.25)	0.65 (0.32)	1.00 (0.50)	2.13 (1.06)
Phe	9.08	苦	0.45 (0.05)	0.69 (0.08)	0.89 (0.10)	1.30 (0.14)	2.47 (0.27)
Pro	26.06	甘, 苦	0.35 (0.01)	0.43 (0.02)	0.50 (0.02)	0.72 (0.03)	1.00 (0.04)
Ser	14.27	甘, 旨	0.92 (0.06)	1.11 (0.08)	1.31 (0.09)	1.98 (0.14)	2.14 (0.15)
Thr	21.83	甘	0.43 (0.02)	0.56 (0.03)	0.68 (0.03)	1.02 (0.05)	1.77 (0.08)
Val	12.80	苦, 甘	0.80 (0.06)	0.87 (0.07)	1.13 (0.09)	1.51 (0.12)	2.78 (0.22)

*mM

表 2 麴処理豚ひき肉の遊離アミノ酸濃度と閾値との関係

アミノ酸	閾値 ^{*1)}	味 ¹⁾	アミノ酸濃度* (アミノ酸濃度/閾値)				
			0 時間	2 時間	4 時間	8 時間	24 時間
Ala	6.73	甘, 旨	3.24 (0.48)	3.72 (0.55)	4.27 (0.63)	5.32 (0.79)	11.07 (1.64)
Asp	0.23	酸, 旨	0.32 (1.44)	0.36 (1.59)	0.47 (2.08)	0.53 (2.34)	1.38 (6.12)
Glu	0.34	旨, 酸	0.49 (1.43)	0.66 (1.93)	0.78 (2.29)	1.00 (2.94)	2.07 (6.09)
Gly	14.65	甘	1.65 (0.11)	1.48 (0.10)	1.69 (0.12)	2.05 (0.14)	3.32 (0.23)
His	1.29	苦	0.68 (0.53)	0.85 (0.66)	0.98 (0.76)	1.44 (1.12)	2.45 (1.90)
Ile	6.86	苦	0.33 (0.05)	0.49 (0.07)	0.70 (0.10)	1.02 (0.15)	2.12 (0.31)
Leu	28.97	苦	0.55 (0.02)	0.99 (0.03)	1.37 (0.05)	2.41 (0.08)	5.54 (0.19)
Lys	3.42	甘, 苦, 旨	0.82 (0.24)	1.52 (0.45)	2.42 (0.71)	3.02 (0.88)	5.90 (1.72)
Met	2.01	苦, 旨	0.23 (0.12)	0.39 (0.20)	0.53 (0.26)	0.82 (0.41)	1.73 (0.86)
Phe	9.08	苦	0.32 (0.04)	0.55 (0.06)	0.76 (0.08)	1.26 (0.14)	2.40 (0.26)
Pro	26.06	甘, 苦	0.53 (0.02)	0.65 (0.02)	0.84 (0.03)	1.08 (0.04)	2.44 (0.09)
Ser	14.27	甘, 旨	0.89 (0.06)	1.22 (0.09)	1.51 (0.11)	1.94 (0.14)	3.62 (0.25)
Thr	21.83	甘	0.50 (0.02)	0.59 (0.03)	0.82 (0.04)	1.14 (0.05)	2.61 (0.12)
Val	12.80	苦, 甘	0.71 (0.06)	0.75 (0.06)	1.08 (0.08)	1.60 (0.13)	3.50 (0.27)

*mM

分といわれるグルタミン酸は、牛ひき肉で約 5.4 倍、豚ひき肉で約 5.1 倍 (24 時間後) に増加した。またアラニン、アスパラギン酸、グルタミン酸などうま味に強く関与するとされるアミノ酸は、牛、豚肉とも閾値を大きく上回る濃度に増加した。増加した遊離アミノ酸の由来については、米麴に含まれるタンパク質やペプチドが加水分解して生成した可能性も考えられる

が、米麴のタンパク質含量は 6 %前後、肉のタンパク質含量は 20 %前後であり、系全体のタンパク質に占める米麴タンパク質の割合がわずか 5 %未満であることを考慮すると、増加した遊離アミノ酸の大部分は肉由来と考えるのが妥当である。

遊離アミノ酸となれば、肉の主なうま味成分の一つといわれるペプチドも経時的に増加し、

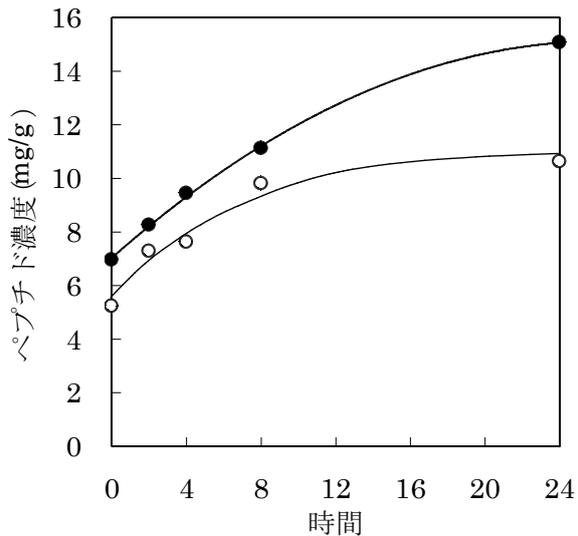


図1 麴処理ひき肉のペプチド濃度
● 牛肉, ○ 豚肉

表3 麴添加ソーセージの官能評価

うま味	かなり強い, やや強い, 同じ, やや弱い, かなり弱い
	(1) (11) (1) (4) (0)
苦味	苦い, やや苦い, 苦味を感じない
	(0) (2) (15)

牛ひき肉のペプチド含量は 24 時間で原料肉の約 2.4 倍, 豚ひき肉では約 2.3 倍に増加した (図 1)。

3.2 麴添加ソーセージの官能評価

3.1 の試験結果より, 米麴で肉を処理することにより遊離アミノ酸やペプチドが増加し, 肉のうま味が増強される可能性が示された。これを確かめるために米麴を添加したソーセージを調製して官能評価したところ, 17 名のパネルのうち約 7 割 (12 名) が, 米麴添加ソーセージのうま味が強いまたはやや強いと評価した (表 3)。その一方で, 約 9 割 (15 名) が苦味を感じないと評価したことから (表 3), タンパク質を含む食品の酵素処理において一般に問題となる, 苦味成分 (苦味ペプチド, アミノ酸など) の生成については心配ないと思われた。なお 3.1 の試験では 20 °C での保持時間を最大 24 時間としたが, ソーセージの試作試験では 8 時間とした。これは長時間保温することによる微生物汚染が懸念されたことと, 本技術の実用化を考えた場合, 長時間を要する処理は製造コストの増加となることを考慮したものである。

4 結 言

牛または豚肉を米麴で処理することにより以下の変化が観察され, 米麴を活用した新たな発酵食肉加工食品の開発は有望であると思われた。

- 1) 遊離アミノ酸含量は経時的に増加し, 最大で原料肉の約 9 倍 (24 時間後) となった。
- 2) ペプチド含量は 24 時間で約 2 倍に増加した。
- 3) 米麴を添加したソーセージはうま味が強くなったが, 苦味は発生しなかった。

文 献

- 1) 味の素株式会社ホームページ
<http://www.ajinomoto.co.jp/kfb/aminol/aminoscience/bc/b-7.html>

国産紅麴を利用した特徴的な色や風味を有する発泡清酒の開発

石垣浩佳 村岡義之 工藤晋平 小関敏彦

Development of Sparkling Sake with a Distinctive Color and Flavor Using Monascus Domestic

Hiroyoshi ISHIGAKI Yoshiyuki MURAOKA Shinpei KUDO Toshihiko KOSEKI

1 緒言

平成 21 年夏に山形県オリジナルの発泡清酒「スパークリング-ワイ」が発売された頃、市場には様々な発泡系商品が溢れていた。

我々が商品化した「スパークリング-ワイ」は、気軽に飲める本格的な風味の発泡清酒を目指し開発された。既製品に多い甘いカクテル様の発泡清酒とは異なり、山形県独自の酒米と酵母および発泡化製法を活用し完成させた。当初から定番商品になることを目標とし、発売後も品質の向上に努め、ようやく安定した需要が見込まれる状況となっている。

本研究では、先の研究開発で要望があった色や香り・新しい風味の付与を目的とし、新たな発泡清酒の可能性を検討した。今回、「スパークリング-ワイ」のバリエーションとして、機能性食品として利用されている紅麴¹⁾等を活用し、きれいな色と特徴ある風味の発泡清酒ができたので報告する。

2 実験方法

2.1 供試原料

原料米には、酒造好適米「出羽の里」（精米歩合 70%）を用いた。酵母は、当センター保存の TY24 酵母（チロソール高生産性酵母）と 2408 酵母（リンゴ酸高生産性酵母）をブレンド、または単独で使用した。

乳酸菌は、LALLEMAND 社の MBR31、紅麴は、グンゼ(株)健康食品センターの 1G-WLK5 を使用した。（平成 22 年 10 月から施行された米トレーサビリティ法に伴い、本研究開始時から利用していた中国産紅麴（*Monascus purpureus*）ではなく、新たに国産紅麴（*Monascus pilosus*）による試験を検討した。）

2.2 着色を目的とした発泡清酒の試作

特徴ある色の付与を目的として、総米 120kg

の試験醸造を実施した。紅麴以外の普通麴は床麴法で製造し、酒母は中温速醸とした。酵母は、TY24 酵母と 2408 酵母を 1:3 のブレンド比で添加した。一次もろみは定法の三段仕込みで行い、低温発酵経過とした。

一次もろみを上槽後、生成酒に紅麴を浸漬する着色操作を行った。着色終了後紅麴を取り除き、仕込水でアルコール濃度を調整後、ガス封入による発泡清酒を製造した。ガス封入には、耐圧サーマルタンク（新洋技研工業(株)）を使用した。

試験酒の一般成分は、国税庁所定分析法注解により分析した。また、着色の目安となる吸光度は、分光光度計（Shimadzu MultiSpec-1500）により測定した。

2.3 風味の改良を目的とした発泡清酒の試作

新たな風味の付与を目的として、総米 1kg の発酵試験を行った。本試験は、紅麴による着色に加え、二次発酵時に乳酸発酵（MLF）を併用することで、リンゴ酸から乳酸への変換と乳酸菌が生産する複雑な香味成分の増加を期待して実施した。

一次もろみは、酒母を省略する酵母仕込みとし、三段仕込み（Table 1）、低温発酵経過とした。なお、酵母は 2408 酵母を単独で使用した。

紅麴は、もろみ上槽 10 日前に添加し、酵母や麴の作用による香味の調和を図った。

Table 1 Mixing ratio (1kg)

	<i>Soe</i>	<i>Naka</i>	<i>Tome</i>	Total
Total rice(g)	200	320	480	1000
Steamed rice(g)	140	250	380	770
<i>Koji</i> rice(g)	60	70	100	230
Water(L)	250	450	800	1500
Lactic acid(ml)	0.9			0.9

一次もろみを上槽後、生成酒に酵母を含むオリ酒と乳酸菌を添加して二次発酵を開始した。二次発酵には 330ml 容の耐圧瓶を使用し、瓶内二次発酵により発泡清酒を製造した。

試醸酒について、一般成分、有機酸組成および香気成分の分析を行った。有機酸は液体クロマトグラフ (Shimadzu LC-9A HPLC システム)、香気成分はヘッドスペースガスクロマトグラフ (Agilent Technologies 7890A GC システム) により測定した。

3 実験結果および考察

3.1 着色を目的とした発泡清酒

一次もろみの留温度は 5.8℃、4 日目に最高ボームは 9.5 となり、徐々に品温を上昇させ 13 日目に最高品温 11.2℃となった。その後は徐々に温度降下を図り、品温 5℃前後でもろみの熟成を行い、28 日目に上槽した。生成酒の一般成分は、日本酒度-29、アルコール分 15.0%、酸度 2.3 であった。

これまでの試験から、中国産紅麴の使用では、総米換算 5~10%の添加量で十分な赤色の着色が得られていた。しかし、国産紅麴を使用した予備試験では、10%の添加量では十分な着色が得られないことが確認されていたため、上槽後の生成酒 66L に対し 10kg(総米換算で約 30%)の国産紅麴を浸漬し、5℃低温で 10 日間の着色操作を試みた。紅麴色素は、アザフィロン系色素(赤色系および黄色系)の混合物である。そのため、波長 490nm(赤色系)と 380nm(黄色系)の吸光度を測定し着色の目安とした。

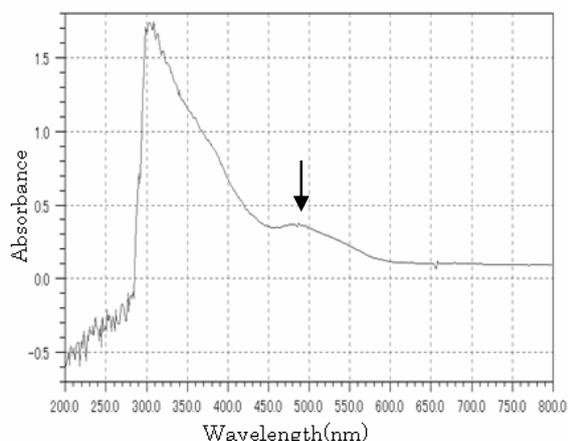


Fig.1 UV-vis absorption spectrum of the ninth day is added Monascus.

紅麴添加 9 日目の紫外・可視吸収スペクトルの測定結果を Fig. 1 に示す。

波長 490nm 付近にピーク(矢印↓)が出ていることが判る。鮮やかな赤色の再現には、波長 490nm の吸光度 0.5 以上になることを目標とした。

紅麴添加後の吸光度の変化を Fig. 2 に示す

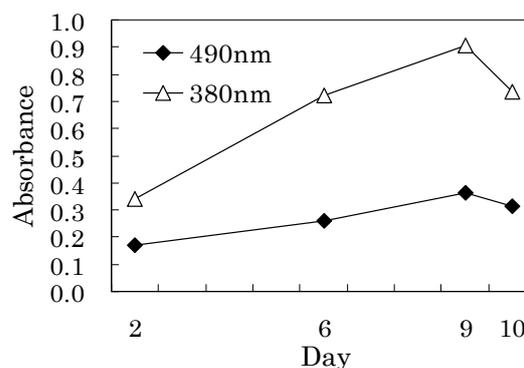


Fig.2 Change in absorbance after the addition of Monascus.

赤色着色の目安となる波長 490nm の吸光度は、9 日目の 0.36 が最大であり、今回使用した国産紅麴の浸漬では目標とする赤色が得られないことが判った。

浸漬工程後、紅麴を除去し、仕込水でアルコール濃度を 13.4%に調整した後ガス封入操作を行った。ガス封入は、ガスボリュームで 3.0 前後を目標に実施した。封入開始から 2 週間後の各種成分は、日本酒度-22.8、アルコール分 12.8%、酸度 2.3、ガスボリューム 3.2 であった。

サンプル酒をきき酒したところ、適度な甘味と発泡性はあるが、紅麴特有の薬酒様香と後味が残る発泡清酒となっていた。現時点では、紅麴の風味が強く香味の調和が取れていないと判断し、耐圧タンク内貯蔵を継続し熟成による酒質変化を観察していくこととした。(継続中)

3.2 風味の改良を目的とした発泡清酒

一次もろみの留温度は 6℃、2 日に 1℃の間隔で品温上昇を図り、11 日目に最高品温 11.1℃となった。11 日目のボームは 5.6 である。その後は徐々に温度降下を行い、品温 5℃でもろみの熟成を促し、19 日目に総米換算 8%の紅麴を添加した。28 日目に上槽した生成酒の一般成分は、日本酒度-38、アルコール分 11.2%、酸度

2.3 であった。

生成酒のアルコール濃度は調整せず、酵母を含むオリ酒と前培養した乳酸菌を添加し、20℃のインキュベーターで二次発酵を開始した。発酵期間は2週間とし、その後各種成分の分析と官能評価を実施した。乳酸発酵(MLF)により風味を改良した紅麴酒の有機酸組成と香氣成分分析結果を Table 2,3 に示す。

対照酒は、紅麴と乳酸菌を添加せず、アルコール濃度調整後二次発酵を実施した酒である。

まず、有機酸組成をみると、MLFの作用でリンゴ酸が乳酸へと変換されたことにより、酸味がまろやかになり味に幅(旨味)を与えていることが予測された。また、香氣成分の分析結果からは、ほとんどの成分で含有量の増加がみられ、「スパークリング-ワイ」タイプの対照酒とは異なる香氣生成が認められ、乳酸発酵による複雑な香味成分の増加が確認できた。

パネル6名で実施した官能評価の結果を Table 4 に示す。

対照酒は、従来タイプに近い高リンゴ酸味の発泡清酒となったためか、香り爽やかで味が軽

いというコメントが多かった。他方、紅麴酒は、特徴的な香りに悪い評価は付かず、甘味と酸味に味の巾や旨味を感じるというコメントが多かった。色合いは明るい黄色となり、紅麴から想像される赤色ではなかったが、きれいな色合いで特徴ある風味の発泡清酒が製造できた。

今後は現場レベルでの試験醸造を実施し、実醸造に応用可能か検討することとした。

4 結 言

本研究により、以下のことが確認できた。

- 1) 国産紅麴を使用する場合、中国産紅麴の試験醸造で確立した添加量(総米換算 5~10%)では、目標とする着色(波長 490nm の吸光度 0.5 以上)は得られない。
- 2) 国産紅麴を総米換算で 8% 添加し、二次発酵時に乳酸発酵を併用すると、明るい黄色で甘味と酸味に特徴をもつ発泡清酒となる。

文 献

- 1) 姫野国夫: 紅麴の機能性と食品への利用 食品工業 40(6), 49-55, (1997)

Table 2 Organic acid contents of Monascus sake with improved flavor in MLF.

	Citric acid	Malic acid	Succinic acid	Lactic acid	Acetic acid
Contrast	92	574	414	678	128
Monascus	-	-	429	1743	245

(ppm)

Table 3 Aroma components of Monascus sake with improved flavor in MLF.

	Ethyl acetate	n-propanol	Isobutanol	Isoamyl acetate	Ethyl caproate
Contrast	10.1	13.5	24.1	0.7	1.7
Monascus	25.0	22.7	28.5	0.6	3.0

(ppm)

Table 4 Sensory evaluation results of Monascus sake with improved flavor in MLF.

	A	B	C	D	E	F	Ave.	Comment
Contrast	2.0	3.0	2.0	2.0	1.0	2.0	2.0	A refreshing aroma, mild acidity
Monascus	2.5	3.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.3	Characteristic aroma, Width to taste

* Five-point method (1.0: Excellent, 2.0: Favorable, 3.0: Usually, 4.0: Little difficulty, 5.0: Difficulty)

** Six panelists (A and B: General consumer, C to F: Examination experience liquor)

低熱膨張型ボールディメンジョンゲージを使用した 座標測定機の性能検査

【平成 22 年度産技連技術向上支援事業】

渡部光隆 小林庸幸 松田丈

Evaluation of Coordinate Measuring Machine Performance
Using Low Coefficient of Thermal Expansion Type Ball Dimension Gauge

Mitsutaka WATANABE Tsuneyuki KOBAYASHI Takeshi MATSUDA

1 緒 言

東北地域に進出が著しい輸送機械産業では厳重な品質管理が要求されており、地元企業がこの市場に参入するためには、製造した製品の寸法精度を正確に保証するための測定技術が必要になっている。東北地域の公設試では高精度な座標測定機（以下、CMM という）を導入しており、測定技術の構築は地元企業と東北 6 県公設試の共通課題であることから東北 6 県公設試による低熱膨張材の基準器を使用した持ち回りによる CMM の性能検査を実施したので、山形県の結果について報告する。

2 実験方法

2.1 検査用基準器と CMM

基準器は図 1 に示すボールディメンジョンゲージ（以下、BDG）であり、H 型形状の両側面に球を千鳥状に 8 個配置した形状を有する。筐体の材質は低熱膨張材とし、 $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ 系セラミックスを主成分とする NEXCERA[®]（黒崎播磨㈱製）とした。NEXCERA の線膨張係数は $0 \pm 0.02 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ （20 °C）である。測定要素の球の固定方法は、球と筐体に NEXCERA 材質の円筒ピンを挿入し接着剤で接合した。球径は $\text{S}\phi 23.8\text{mm}$ 、真球度は $0.08\mu\text{m}$ 以下、測定に使用した球中心間距離の最大は 458mm である。

使用した座標測定機は 1993 年度に設置した UPMC550 CARAT（Carl Zeiss 社製）で、メーカーが示す指示誤差は $MPE_E = 0.8 + L/600\mu\text{m}$ （ L は測定長さ mm）の高精度型である。CMM 構造は門移動型でプローブ構造はパラレルツイン方式である。



図 1 ボールディメンジョンゲージ (BDG)

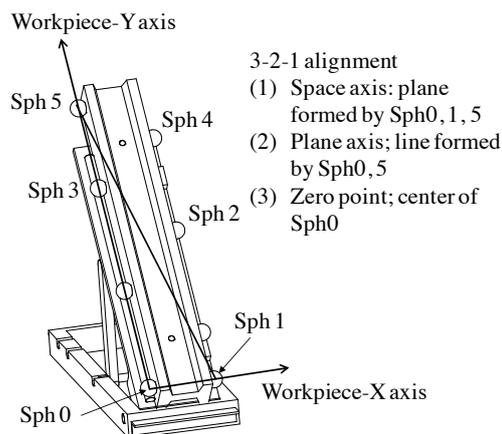


図 2 BDG の形状及びワーク座標系の設定

2.2 測定方法

測定方法は岩手県工業技術センターが作成したプロトコル（手順書）に従って行った。

本プロトコルは JIS Z 9090:1991 に従い直交表に因子を割り付けて実験を進め、測定の不確かさは測定の SN 比による方法と分散分析により分散を積算する二つの方法で算出した。

信号因子は図 2 に示す BDG の X,Y,Z 軸ゼロ点（Sph0）から各球までの中心間距離 M1～M5 の 5 水準とした。

標示因子は使用条件や実験条件の測定誤差への影響を調べるために設定する因子であり、CMMの測定で不確かさの発生が経験的に指摘されている因子を内側と外側の割付により表1、表2に示すように設定した。

誤差因子 N はばらつき要因となる測定の繰り返しであり表3のように3水準とした。

これらの因子を表4に示す直交表L4に割り付けた。

測定には直径8mm球、シャフト長さ60mmのスタイラスを使用した。因子B（スタイラスの向き）水準2（水準1以外）では、XY平面に平行でY+方向のプロープおよびXY平面に平行でY+軸からX+軸向きに30°傾けたプロープの2種類を使用した。スタイラスの向きと構成を図3に示す。

表1 内側の標示因子

因子		水準1	水準2
A	プロービング方向	軸方向、極を含む5点	軸方向でない5点
B	スタイラスの向き	鉛直下向き	XY平面に平行、BDGの向き
C	BDGの位置	Y軸に平行	Y軸からX軸向きに30°

表2 外側の標示因子

因子		水準1	水準2
E	プロービングの領域	半径領域	半径/3領域

表3 誤差因子

因子		水準1	水準2	水準3
N	測定の繰り返し	1回目	2回目	3回目

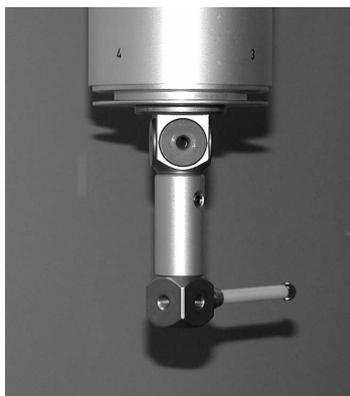
表4 割付表

No.	内側の標示因子			E) 外側の標示因子							
				E1：半径の領域				E2：半径/3の領域			
	A) B) C)			N) 測定の繰り返し		SN		N) 測定の繰り返し		SN	
				N ₁	N ₂	N ₃	η (db)	N ₁	N ₂	N ₃	η (db)
1	水準1	水準1	水準1								
2	水準1	水準2	水準2								
3	水準2	水準1	水準2								
4	水準2	水準2	水準1								

A) プロービング方向, B) スタイラスの向き, C) BDGの位置, E) プロービングの領域



鉛直下向き
(第1水準)



XY平面に平行でY+方向
(第2水準)



XY平面に平行でY+方向からX+方向に30°傾斜
(第2水準)

図3 スタイラスの向きと構成

各実験（8実験）に対してティーチングにより6種類の測定プログラムを作成し、その後CNC測定にて3回の繰り返し測定を行った。表4のNo.1とNo.3は同じ測定プログラムを使用した。各実験の測定は、下記の順序で行った。

- ① Sph0～Sph5を球測定する。測定点数は5点。
- ② 要素呼び出しにより、プロトコルに従い図3のようにワーク座標系を形成する。
- ③ ①で球測定したSph1～Sph5について、ワーク座標系で要素呼び出しを行い、距離M1～M5を得る。

JISで規定する20℃からの偏りによる熱膨張長さは測定後にオフラインで補正した。ブロッ

クゲージ測定によるCMMの目盛誤差補正は行わなかった。

BDGの温度は、測定機に付属している2つの物体温度計をBDG両端に取り付け、平均の温度を測定した。測定中の最低温度は19.04℃、最高温度は19.30℃であった。

温度計は1/100℃表示だが、不確かさは0.1℃程度と推定される。

表5 測定のSN比および誤差限界

No.	内側の標示因子			E) 外側の標示因子			
				E1	E2	E1	E2
	A)	B)	C)	η (db)	η (db)	$3/\sqrt{\eta}$ (μm)	$3/\sqrt{\eta}$ (μm)
1	水準1	水準1	水準1	69.4	71.6	1.02	0.79
2	水準1	水準2	水準2	69.3	63.5	1.03	2.01
3	水準2	水準1	水準2	67.9	77.3	1.20	0.41
4	水準2	水準2	水準1	66.9	62.1	1.36	2.36

A) プロービング方向, B) スタイラスの向き, C) BDGの位置, E) プロービングの領域

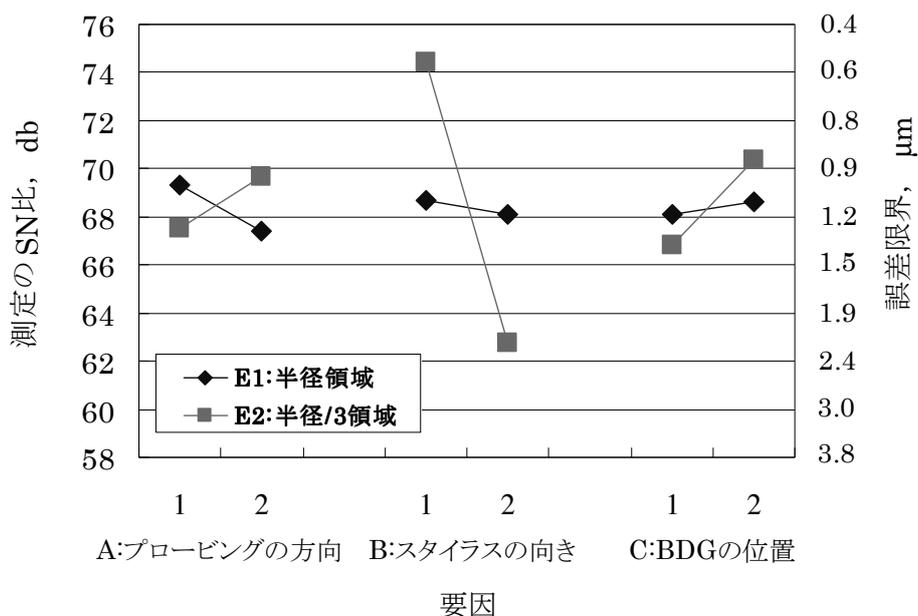


図4 測定のSN比の要因効果図

3 実験結果および考察

3.1 測定の SN 比による評価

測定の SN 比および誤差限界を表 5 に、測定の SN 比の要因効果図を図 4 に示す。

因子 E (プロービングの領域) が E1 (半径領域) では SN 比因子間の差は 3db 未満であるが、E2 (半径/3 領域) では因子 B で 11.7db と大きくなった。プロービングの領域は E2 よりも測定範囲が広い E1 の方が有利と推測されたが、水準により SN 比の大小が入れ替わっていた。真球度が良好な球の場合は半径/3 領域の測定でも十分に球径を推測できることを示している。

誤差限界の平均値は $1.27\mu\text{m}$ となり、メーカーが示す CMM の指示誤差 $MPE_E=1.56\mu\text{m}$ ($L=458\text{mm}$) より小さな値を示した。

3.2 分散分析による不確かさの算出

分散分析により算出した因子ごとの分散を表 6 に示す。因子毎の分散から各因子の不確かさ σ を求め、表 7 に示すバジェット表に配列した。長さ依存しない項は 6 種類の因子とした。長さ依存する項はゲージブロックによる目盛り校正、温度計の数値を計算に使用していないため、比例回帰式の不確かさ (σ_{Mres} を加えない場合)のみとした。座標測定の不確かさは式 (1) から求めた。

$$U(k=2) = \sqrt{a^2 + b^2 \cdot L^2} \times 2 \quad (1)$$

U は座標測定での拡張不確かさ (mm) , a は長さ依存しない項の不確かさ (mm) , b は長さ依存する項の不確かさの感度係数, L は測定長さ (mm) である。バジェット表により CMM の不確かさを算出した結果、不確かさは E1 で $L=458\text{mm}$ の時に $U(k=2)=1.28\mu\text{m}$, E2 で $L=458\text{mm}$ の時に $U(k=2)=1.32\mu\text{m}$ となり、メーカーが示す CMM の指示誤差 $MPE_E=1.56\mu\text{m}$ ($L=458\text{mm}$) より小さな値を示した。

4 結 言

ボールディメンジョンゲージによる座標測定機の性能検査を行った結果、以下のことが明らかになった。

- 1) 測定の SN 比から求めた誤差限界の平均値は $1.27\mu\text{m}$, 分散分析により算出した不確かさは E1 (半径領域) の時に $1.28\mu\text{m}$, E2 (半径/3 領域) で $1.32\mu\text{m}$ となった。測定の不確かさを二つの方法で算出したが、どちらもメーカーが示す CMM の指示誤差 $MPE_E=1.56\mu\text{m}$ ($L=458\text{mm}$) より小さな値を示した。CMM は良好な状態であった。
- 2) 測定の SN 比の要因効果図から E2 (半径/3 領域) のうち因子 B (スタイラスの向き) , 因子 C (BDG の位置) が因子内の水準間の SN 比の差がともに 3db を越え有意差があると判断された。E1 (半径領域) では因子内の水準間の SN 比の差がいずれの場合も 3db 以内であり有意差は認められないことから、プロービング領域を広くとった方が測定誤差が少ないことが確認された。
- 3) 分散分析表では因子 C (BDG の位置) が $V_C=2.99 \times 10^{-6} \text{mm}^2$ となり分散が最も大きく、測定値のばらつきが大きいことが分かった。

謝 辞

本研究は平成 22 年度産技連技術向上支援事業において東北 6 県公設試の共同実験として行った。実験に参加した地方独立行政法人青森県産業技術センター八戸地域研究所中居久明氏、秋田県産業技術センター加藤勝氏、地方独立行政法人岩手県工業技術センター和合健氏、宮城県産業技術総合センター久田哲弥氏、福島県ハイテクプラザ吉田智氏、産業技術総合研究所大澤尊光氏、並びに関係各位に謝意を表す。

表6 分散分析表 (mm²)

因子	f	S	V	F	$E(V)$
A	1	1.54E-06	1.54E-06	8.78	$\sigma_e^2+60\sigma_A^2$
B	1	5.79E-07	5.79E-07	3.30	$\sigma_e^2+60\sigma_B^2$
C	1	2.99E-06	2.99E-06	16.99	$\sigma_e^2+60\sigma_C^2$
N	2	3.54E-08	1.77E-08	0.10	$\sigma_e^2+40\sigma_N^2$
E	1	1.52E-06	1.52E-06	8.65	$\sigma_e^2+60\sigma_E^2$
M	4	1.94E+06	4.84E+05	2.76E+12	$\sigma_e^2+24\sigma_M^2$
e	109	1.92E-05	1.76E-07	-	σ_e^2
T	119	1937891	-	-	-

A) プロービング方向, B) スタイルスの向き, C) BDG の位置, N) 測定の繰り返し,
E) プロービングの領域, M) 球間距離, e) 誤差

表7 バジレット表

長さに依存しない項

記号	不確かさの要因	値	確率分布	序数	標準不確かさ	感度係数	標準不確かさ (長さの単位)
u_A	プロービングの方向	0.000000	-	1	0.000000	1	0.000000
u_B	スタイルスの向き	0.000098	-	1	0.000098	1	0.000098
u_C	BDG の位置 (角度)	0.000223	-	1	0.000223	1	0.000223
u_E	プロービングの領域	0.000159	-	1	0.000159	1	0.000159
u_N	測定の繰り返し	0.000021	-	1	0.000021	1	0.000021
u_{ref}	標準値の値付け	0.00026	正規	2	0.00013	1	0.00013
						(a)	0.00032

長さに依存する項

記号	不確かさの要因	値	確率分布	序数	標準不確かさ	感度係数	標準不確かさ (長さの単位)
u_m	比例回帰式の不確かさ (σ_{Mres} を加えない場合)	0.1258706	-	1	0.1258706	L	0.1258706
u_α	GB と BDG の線熱膨張係数の差	-	矩形	$\sqrt{3}$	-	$L \cdot \Delta t$	0.0000000
u_t	温度計の量子化誤差	-	矩形	$\sqrt{3}$	-	$L \cdot \alpha$	0.0000000
						(b)	0.1258706

MEMS 技術を用いたグルコース分析用マイクロ化学チップの開発

岩松新之輔 阿部泰 矢作徹 渡部善幸 小林誠也

The Micro Total Analysis System which were Integrated the MEMS Fluidic Device for
Detection of Glucose

Shinnosuke IWAMATSU Yutaka ABE Toru YAHAGI
Yoshiyuki WATANABE Seiya KOBAYASHI

1 緒 言

家庭での健康管理, 疾病予防を医療の第一段階として位置づける予防医学の考え方が定着しつつある。日常的に自己の健康状態を管理することで, 良好な健康状態の維持, 疾病等の前兆現象の発見, 早期診療開始による重症化の抑制等の効果が期待され, 生活の質 (Quality of Life) の向上に寄与するものと考えられている。一方, 家庭において自己の健康状態を的確に把握するためには, その指標となるパラメータを管理するデバイスが必要となる。例えば, 最も普及している糖尿病用の血糖値測定デバイスでは, 患者自らが血液を採取して血糖値の測定を行い, インスリンや食事量調整の指標としている。しかしながら, 患者にとって血液採取という行為が大きな負担となっている。そのため, 低侵襲あるいは非侵襲で採取できる尿, だ液, 汗などを測定対象とすることが望まれており, MEMS 技術により多機能を高度に集積した分析デバイス (μ TAS) が注目されている。 μ TAS では, 微小空間内で化学反応プロセスを進めることで, 従来の系では得られない高効率, 高収率, 省エネルギーな反応を得ることができる。

本研究では, マイクロチャンネル及び液滴駆動をベースとした異なる二種の構成を持つ μ TAS を開発し, グルコースをモデル化合物として用いた試験を行った。

2 実験方法

2.1 マイクロチャンネル型分析デバイス

マイクロチャンネル型分析デバイスは, 連続性がある流体を対象としており, 外部ポンプ等により試料溶液を駆動させ, チャンネル内に形成し

た反応部, 検出部へ供給する。フィルター等の機能集積が比較的容易であることから, 夾雑物を含む高濃度試料の分析に適したデバイスと考えられている。本研究では, 板厚 1mm の合成石英基板を用いてデバイスの開発を行った。プロ

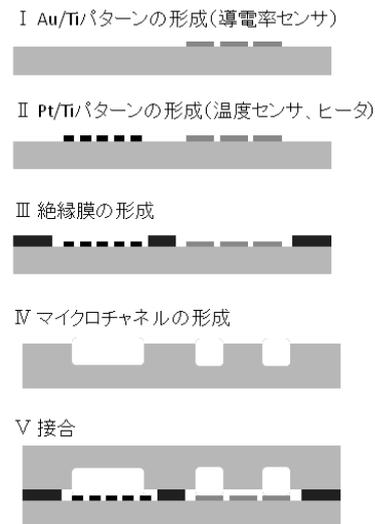


図 1 マイクロチャンネル型分析デバイスの作製プロセス

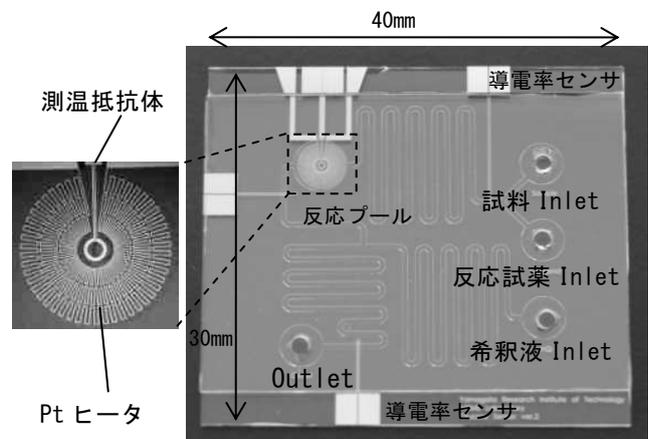


図 2 マイクロチャンネル型分析デバイス

セスフローを図1, デバイス構造を図2に示す。ウエットエッチングにより幅500 μm , 深さ50 μm のマイクロチャンネルを形成し, $\phi 5\text{mm}$ の反応プール内に温度センサに用いるPt測温抵抗体, Pt薄膜ヒータを配置した。インレットとしては, 試料, 反応試薬, 希釈液の3ポートを有し, Au導電率センサを, 試料と反応試薬の合流部, 反応プール下流, 希釈液との合流部に配置した。試料と反応試薬は, Y字型流路で合流し, 折り返し流路にて相互拡散しながら薄膜ヒータが形成された反応プールに導かれ, ヒータ加熱による2液混合と呈色反応が進行し, 反応プール下流で希釈液との合流による冷却と反応生成物の濃度調整の工

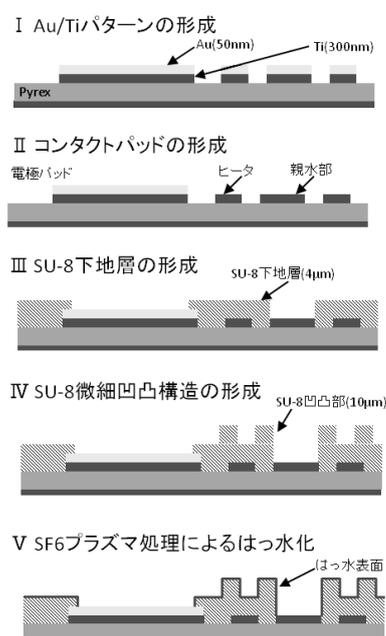


図3 液滴濃縮型分析デバイスの作製プロセス

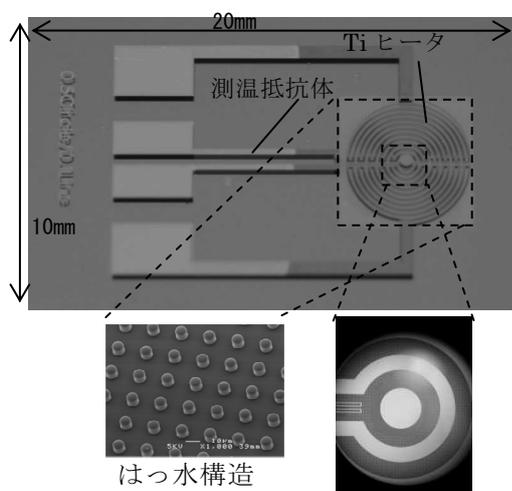


図4 液滴濃縮型分析デバイスの構造

程を経て, 吸光度測定に供される構成とした。

2.2 液滴濃縮型分析デバイス

液滴濃縮型デバイスは, 低濃度試料の分析に適しており, 高濃度試料では濃縮工程における溶存成分の析出やはっ水部への付着が発生するため, 不適と考えられる。開発した分析デバイスのプロセスフローを図3, 構造を図4に示す。デバイス基板には, 板厚0.5mmのホウケイ酸ガラスを用いた。試料を加熱するTi薄膜ヒータ及びTi測温抵抗体を親水濃縮部周辺に配置した。親水部に試料を濃縮させるためのはっ水構造には永久構造レジストSU-8により形成したピラーアレイを用いた。

2.3 温度センサおよびマイクロヒータ

マイクロチャンネル型分析デバイスの反応プール内および液滴濃縮型分析デバイスの濃縮部に形成した薄膜抵抗温度計の温度特性評価は, 外部環境の温度変化に伴うTi測温抵抗体の抵抗変化を測定することにより行った。マイクロチャンネル型分析デバイスについては, 大気中および液中での評価を実施し, 液滴濃縮型分析デバイスの評価は大気中でのみ実施した。マイクロヒータの加熱特性評価は, ヒータ配線に通電した際の温度変化をヒータ周辺に集積した薄膜抵抗温度計により測定することにより行った。液滴濃縮型デバイスについては, ヒータ加熱による液滴径および接触角の変化も観察した。

3 実験結果および考察

3.1 温度特性評価

マイクロチャンネル型分析デバイスに集積した薄膜抵抗温度計の出力特性評価の結果を図5に示す。大気中での測定は, 電流値10, 20, 30 μA の3条件で行い, いずれの条件においても温度変化に対して直線的な出力電圧変化が得られた。一方, 液中においては, 30 μA の1条件で特性評価を行い, 若干の直線性の低下は見られたものの, 大気中での評価と同程度の出力特性が得られた。大気中と液中の結果がほぼ同様の傾向を示したことから, Pt測温抵抗体は, 測定試料溶液との絶縁が十分確保されていることが確認することができた。

次に, マイクロヒータを用いた反応プールにおける測定試料溶液の加熱特性について評価を行った。反応プール内を超純水で満たし, マイ

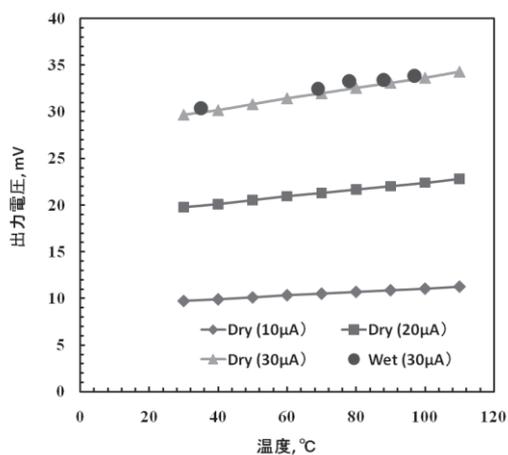


図 5 Pt 測温抵抗体の出力特性

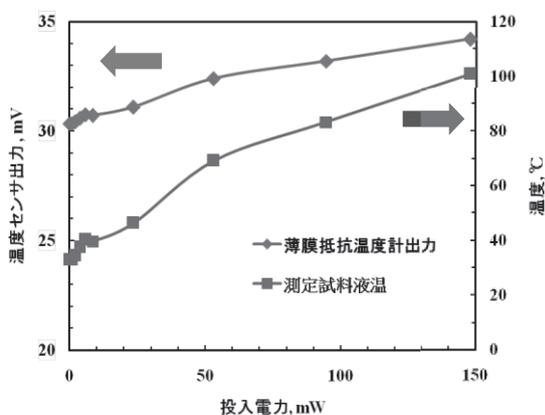


図 6 マイクロヒータの加熱特性

クロヒータへの通電により加熱を行い、温度変化をマイクロヒータ近傍に集積した薄膜抵抗温度計にて測定した。マイクロヒータの加熱特性を図 6 に示す。投入電力の増加に伴い、薄膜抵抗温度計の出力値が上昇し、図 5 に示した温度特性結果から外部環境、即ち反応プール内の試料溶液の液温が上昇していることが確認された。薄膜抵抗温度計の温度特性から算出した試料溶液の液温は、投入電力に対してほぼ線形的に上昇し、投入電力 150mW にて、約 100°C に到達した。

続いて液滴濃縮型分析デバイスに集積した薄膜ヒータの加熱特性評価の結果を図 7 に示す。投入電力 400mW で 100°C、700mW で 165°C に達した。この温度は、それぞれ液滴濃縮、グルコースの蛍光化反応の温度に相当し、デバイス上に集積したマイクロヒータによってグルコース蛍光分析に必要な温度制御が可能である

ことが示された。次にヒータ加熱による液滴径および接触角の変化を図 8 に示す。液滴の濃縮は、接触角を一定に保ちながら液滴径が減少し、ドライアップする直前で接触角の急激な低下がみられた。この結果は、液滴の濃縮が中央の親水部に集まりながら進行していることを示す結果と考えられ、はっ水構造、親水構造、マイクロヒータの構成により液滴濃縮が可能であることが示された。

3.2 DNS 法を用いたグルコースの定量

還元糖定量法として知られる DNS 法を基本原理として用いたグルコース定量実験を行った。Y 字型流路にてグルコース水溶液と DNS 試薬を合流させ、反応プール内にて出力 85mW でヒータ加熱することにより、呈色反応を進行させた。その後、超純水により希釈し、500nm の吸光度を測定した。グルコース濃度と吸光度の相関を示したグラフを図 9 に示す。グルコース濃度 10mM 以上で吸光度の変化が確認され、マイクロチャンネル内で 2 液混合、加熱による呈色

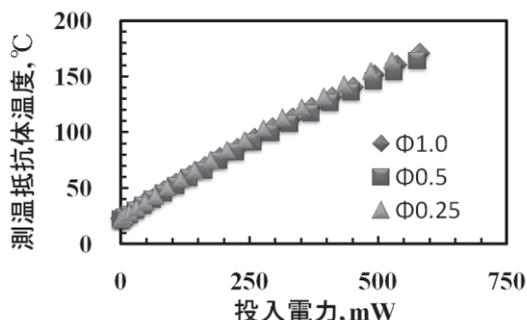


図 7 薄膜ヒータの加熱特性

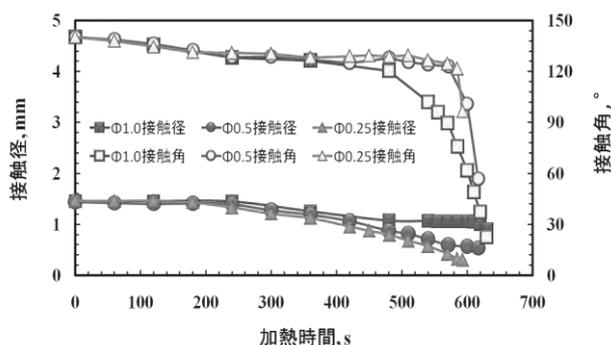


図 8 ヒータ加熱による接触角及び液滴の変化

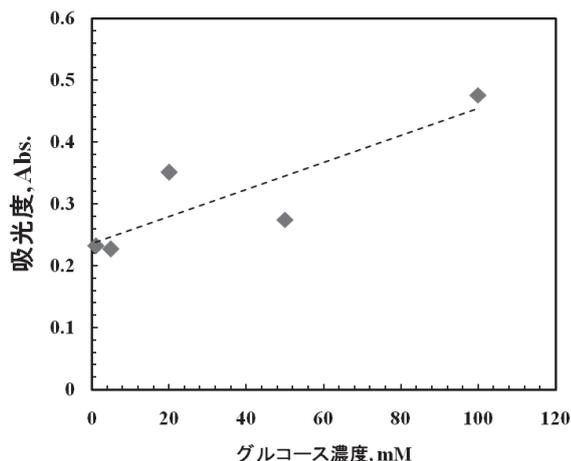


図 9 DNS 法を用いたグルコース定量

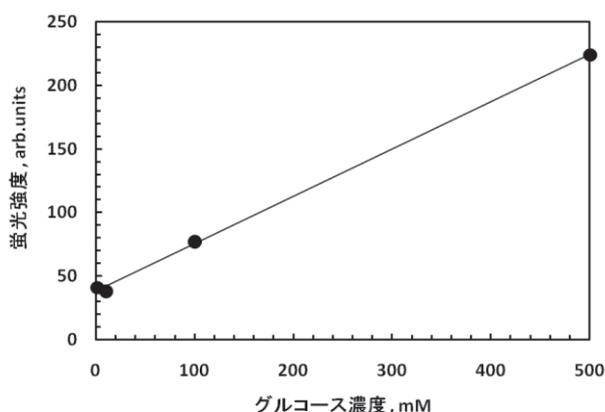


図 10 過ヨウ素酸蛍光法を用いたグルコース定量

反応が進行していることが確認され、本デバイスによりグルコースの定量が可能であることが示された。しかし、マクロな系と比較すると検出感度は一桁程度低下していることも明らかとなり、マイクロチャンネル内での呈色反応の進行が不十分であった可能性が示唆された。

3.3 過ヨウ素酸蛍光法を用いたグルコースの定量

過ヨウ素酸を用いた還元糖の蛍光誘導化法を用いたグルコースの定量実験を行った。はっ水構造部にグルコース水溶液と蛍光化試薬の混合液を 5 μ L 滴下し、500mW で 600 秒ヒータ加熱することにより蛍光誘導化反応を進行させ、さらに 100mW で 720 秒加熱することにより、親水部に試料液を濃縮させた。加熱により蛍光誘導体化したグルコースに、励起波長である 310nm の紫外光を照射し、415nm 蛍光を CMOS センサで受光することにより、グルコースの定量を行っ

た。グルコース定量実験の結果を図 10 に示す。測定の結果、0.01M 以上の濃度で検出が可能であることが示されたが、親水部への濡れ広がりやバックグラウンドの SU-8 の蛍光による S/N 比の低下が課題となった。今後は反応性イオンエッチング装置を用いたシリコンピラー構造の形成について検討する予定である。

4 結 言

MEMS 技術により機能を集積した分析デバイスを開発し、グルコースを用いた試験を行った結果、以下の知見を得た。

- 1) マイクロチャンネル、薄膜ヒータ、測温抵抗体、導電率センサを集積した分析デバイスを開発し、DNS 法を用いたグルコース定量の結果、マイクロチャンネル内で呈色反応の進行が確認され、20mM 以上の濃度のグルコース検出が可能であることが示された。
- 2) はっ水構造、親水構造、薄膜ヒータ、測温抵抗体を集積した分析デバイスを開発し、過ヨウ素酸蛍光法を用いたグルコース定量の結果、チップ上での蛍光誘導体化反応の進行が確認され、0.01M 以上の濃度のグルコース検出が可能であることが示された。

石英ガラス研削におけるき裂深さに関する研究

松田丈 江端潔

Study on Crack Depth in Quartz Glass Grinding

Takeshi MATSUDA Kiyoshi EBATA

1 緒 言

石英ガラスは高い光透過性や熱的に安定な特性を持っているため、半導体製造装置をはじめとして、その多くが光学用途に用いられている。製造工程中の研削加工過程において、石英ガラスの研削面には無数のき裂が発生し、加工能率の劣るラッピング・ポリシングといった後工程では、そのき裂を除去するため多大な時間を要しているのが現状である。そのため、発生したき裂深さを把握することができれば最適な研磨量を設定することで後工程に要する時間を短縮することができる。

さらに、研削加工には良好な表面粗さのみならず、き裂が少なく更に、き裂深さの小さい加工面が要求されている。しかし、実際の製造現場では通常、粗・中・仕上げというように研削加工が進行するが、その過程におけるき裂深さの推移、発生するき裂深さおよび表面粗さとの関係については明らかにされていない。

本研究では、研削加工が順次進行する中でのき裂深さの変化および表面粗さとの関係についての検討を行った。

2 実験方法

2.1 実験手順

実験に使用したホイールは粗・中・仕上げ加工でそれぞれ#400, #1000, #2000 レジンボンドダイヤモンドホイール ($\phi 200$, b8mm) である。加工機はテーブル往復型横軸平面研削盤 (ナガセインテグレックス SGU-52HP2) を用いた。加工条件を表 1 に示す。まず、治具に貼り付けた複数の石英ガラス試験片 ($25 \times 25 \times 4$ mm, Super Polished) に対し、#400 ホイールで総切込み深さ $50\mu\text{m}$ を与え (この試験片を①とする)、表面粗さとき裂深さを測定する。続いて#1000 ホイールでは、3つの試験片

①に対し、後述の 2.3 の方法により評価した①のき裂深さの 1 倍未満 (②: $8\mu\text{m}$)、1~2 倍 (③: $15\mu\text{m}$)、2 倍以上 (④: $31.2\mu\text{m}$) の総切込み深さをそれぞれ与える。このように異なる総切込み深さを設定することで、研削除去量の増加に伴う表面粗さおよびき裂深さの変化を求めることができる。続いて#2000 ホイールでも同様に、④と同じ加工を施した 3つの試験片に対し、④のき裂深さの 1 倍未満 (⑥: $2.5\mu\text{m}$)、1~2 倍 (⑦: $5\mu\text{m}$)、2 倍以上 (⑧: $5.6\mu\text{m}$) の総切込み深さそれぞれ与え、測定を行った。加えて④と⑧研削後には、各ホイールで新たな試験片に対し、それぞれ⑤: $10\mu\text{m}$ 、⑨: $3\mu\text{m}$ の総切込み深さを与え、前加工 (#400 または #1000 ホイール) がある場合の研削面 (④, ⑧) と、き裂深さを比較した。なお、ツルーイング・ドレッシングは、#400 ホイールには軟鋼研削法を、#1000, #2000 ホイールにはカップツルア法を用いた。

2.2 表面粗さの評価

表面粗さは、白色光干渉方式顕微鏡 (Zygo New View 7300) を用いて測定した。測定視野は 0.70×0.52 mm (640×480 ピクセル) である。算術平均粗さ Ra と最大高さ粗さ Rz を求めた。Rz (本測定機では SRzX と表記) は研削条痕に直交する断面曲線 480 本から、それぞれの最大断面高さを求め、その値の大きい半数の平均値である。測定におけるノイズの影響を受けにくくなるため、面全体を評価するには適したパラメータである。

2.3 き裂深さの評価

図 1 に示すように研削面上約 3 分の 1 程度の面積に研削方向に直交するようカバーガラス ($t0.1\text{mm}$) を貼り付け段差を設ける。この段差によって試験片がポリシングパッドに対し約 1° 傾き、傾斜研磨が可能となる。試験片を研磨治

表 1 加工条件

研削ホイール	SD400N100B	SD1000L100B			SD2000L100B			
ツールイング・ドレッシング法	軟鋼研削法				カップツール法			
ツール	SUS304				GC1000G-V		GC3000G-V	
ドレッサ					GC3000-B		GC5000-B	
工程	ツール イング	研削	ツール イング	ドレ ッシング	研削	ツール イング	ドレ ッシング	研削
砥石周速度 m/min	750	750	630	380	750	630	380	750
左右送り速度 m/min	8	5	5	2	5	5	2	5
前後送り速度 mm/min	40~60	20~40	-	-	40~60	-	-	40~60
総切込み深さ μm	30	※ ① 50	50	30	② 8 ③ 15 ④ 31.2 ⑤ 10	50	30	⑥ 2.5 ⑦ 5 ⑧ 5.6 ⑨ 3

※①~⑨：試験片番号

具に貼り付け、卓上自動研磨装置 (BUEHLER MINIMET) を用い酸化セリウム溶液中 (20wt %) で研削条痕が確認できない部分が現れるまで研磨を行う。その後、バッファードフッ酸溶液 (HF, NH₄F の混合溶液) で2分間エッチングを行い、き裂先端を顕在化させる。

続いて、レーザープローブ式非接触3次元測定装置 (三鷹光器 NH-3SP) を用い、最も深いき裂先端と、研磨されていない研削面を通る断面曲線を測定する。この研削面とき裂先端との高低差をき裂深さとした。なお、本手法による測定は研削面上のある特定部分のみのき裂深さを求めることになるため、複数サンプルの平均値を本実験におけるき裂深さとした。

3 実験結果および考察

3.1 き裂深さの推移

本実験で使用した平面研削盤は1つのNCプログラム中で3水準の加工条件を設定できるため、#400ホイールでの各切込み量およびパス数を $\Delta 1.5\mu\text{m} \times 32$ 回, $\Delta 0.5\mu\text{m} \times 2$ 回, $\Delta 0.2\mu\text{m} \times 2$ 回, スパークアウト (以下, S.O.) $\times 2$ 回と設定した。図2に#1000および#2000ホイールでの各加工プロセスおよび各段階で求められたき裂深さを示す。#400ホイール加工面①のき裂深さは $11.7\mu\text{m}$ だった。あらかじめき裂を有した①に対し $8\mu\text{m}$ の総切込み深さを与えた加工面②は $4.2\mu\text{m}$ だった。き裂先端位置が①と②で揃っていることから、き裂が残存はしているが#1000ホイールでの加工によるき裂の進展はないこと

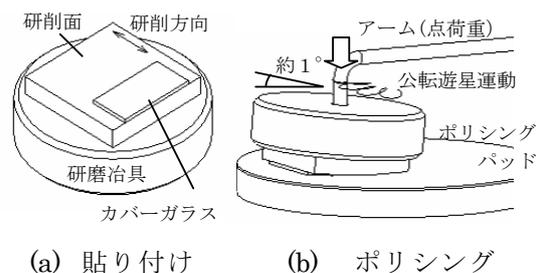


図 1 傾斜研磨

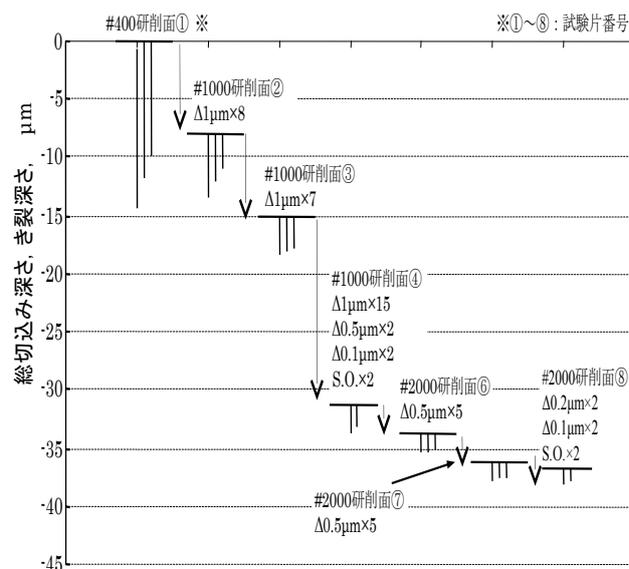


図 2 加工プロセスとき裂深さ

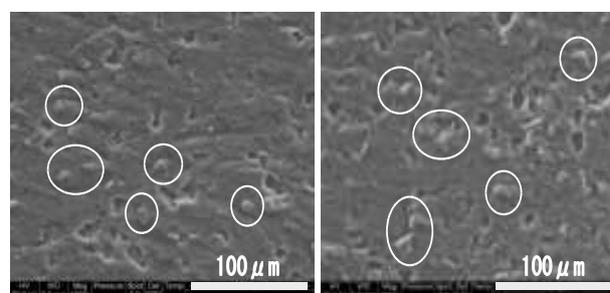


図 3 ホイール作業面状態 (丸印：砥粒)

が確認できる。 $15\mu\text{m}$ を与えた③のき裂深さは $3.0\mu\text{m}$ だった。①のき裂深さよりも大きい切込みを与えているため、このき裂は#1000ホイールにより発生したことがわかる。続いて、仕上げ条件を含め $31.2\mu\text{m}$ の総切込み深さを与えた④では、き裂深さが更に小さくなり $2.3\mu\text{m}$ だった。これは新たな試験片に対し#1000ホイールのみで切込みを与えた⑤のき裂深さ $1.8\mu\text{m}$ と同等の値であり、前加工 (#400ホイール) のき裂が全て除去されたことがわかる。切込み量 $\Delta 1\mu\text{m}$ の

他に $\Delta 0.5\mu\text{m}$, $\Delta 0.1\mu\text{m}$, S.O.の仕上げ条件を施したことで、および研削の進行とともに砥粒摩耗が起きてホイール作業面の砥粒切れ刃高さが整列したこと（図3：レプリカ転写¹⁾したホイール作業面のSEM像）により、き裂深さが小さくなったことが原因と考えられる。

#2000 ホイールにおいては、き裂深さがそれぞれ⑥： $1.6\mu\text{m}$, ⑦： $1.5\mu\text{m}$, ⑧： $1.2\mu\text{m}$ となり、#1000 ホイール同様前加工（#400, #1000 ホイール）なしの場合の値（⑨： $1.4\mu\text{m}$ ）に徐々に近づく結果となった。

3.2 表面粗さ

図4に表面粗さの変化を示す。加工の進行に伴いRa, Rzともに小さくなるが、減少率はRzがRaに比べて少ない。平均的な表面粗さであるRaが小さくなくても比較的深い研削痕は発生し続けていることを示している。②, ③が①よりも増加しているのは、#1000ホイールで仕上げ条件を施していないためである。他は除去体積の増加に伴い向上していた。図5に表面粗さRzとき裂深さおよび累積研削除去量の変化を示す。③のRzは①のRzとほぼ同じだが、き裂深さは約1/4倍となっている。表面粗さが同等であっても砥粒径や加工条件、除去量が異なるとき裂深さは同じにはならないことがわかる。また、⑨は前加工（#400, #1000ホイール）の影響を受けていない試験片であるが、今回の実験のように粗・中・仕上げ加工と順次研削していくことで同等のき裂深さを持つ表面が得られることがわかった。

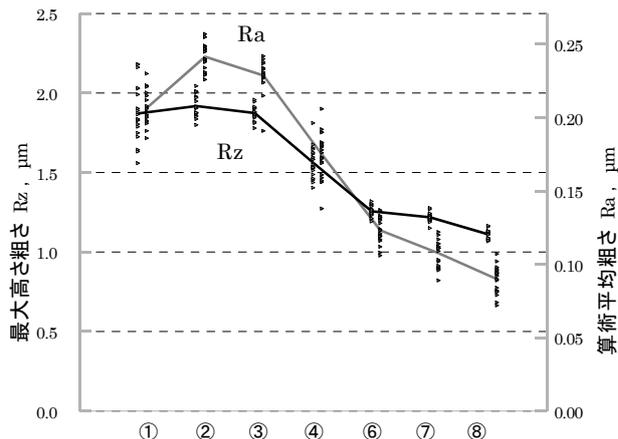


図4 表面粗さの変化

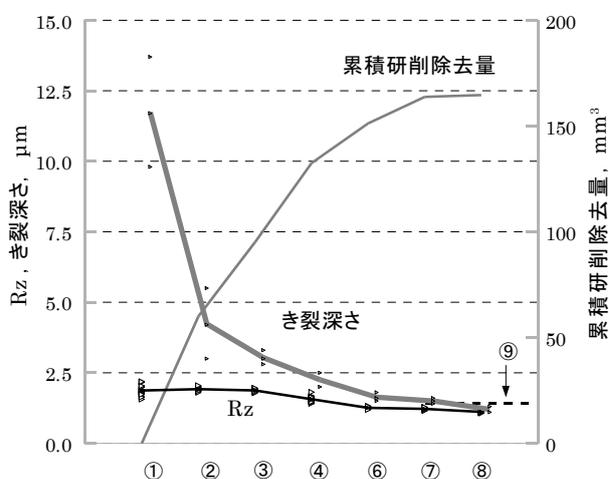


図5 表面粗さとき裂深さの変化

4 結 言

極微粒レジソボンダダイヤモンドホイールを用いた本研究の範囲において、以下のことが明らかとなった。

- 1) 残留き裂は次工程の研削において進展せず、適切な総切込み深さを設定することで徐々に小さくなる。
- 2) 砥粒摩耗が起き、砥粒切れ刃高さが揃っているホイールで研削を続けると、表面粗さが小さくなると同時にき裂深さも小さくなっていく。

文 献

- 1) 塚本真也, 大橋一仁: 研削加工の最新計測技術, (2003)232-237.

耐食性を向上させたオーステナイト系ステンレス鋳鋼品の表面分析

【平成 22～23 年度 経済産業省戦略的基盤技術高度化支援事業】

藤野知樹 佐藤昇 高橋裕和 松木俊朗 小川仁史 村上穰 齋藤壱実
中村保彦* 鈴木浩* 橋本文雄* 牛澤勤* 麻生節夫**

Analysis of Casting Surface of Austenitic Corrosion-resistant Cast Steels Improved Anticorrosion Characteristic

Tomoki FUJINO Noboru SATO Hirokazu TAKAHASHI Toshiro MATSUKI
Hitoshi OGAWA Yutaka MURAKAMI Kazumi SAITO Yasuhiko NAKAMURA*
Hiroshi SUZUKI* Fumio HASHIMOTO* Tsutomu USHIZAWA* Setsuo ASO**

1 緒 言

ロストワックスステンレス鋳鋼品（以下、ステンレス鋳鋼品）は、鋳鉄やアルミ鋳造品に比べ強度や耐食性等が優れていることから自動車部品へも多数採用され、品質に関する要求も一層高くなっている。特にステンレス鋳鋼品の耐食性に対するユーザーの期待や要求は、ステンレス鋼鍛錬材と同等である場合がほとんどである。しかし、ステンレス鋳鋼品は赤錆を発生し外観上問題となることがあり、耐食性の向上が求められている。そこで、オーステナイト系ステンレス鋳鋼 SCS13（18Cr-8Ni）を対象に鍛錬材と同等の耐食性を付与することを目的に、耐食性劣化の原因究明と対策を検討した。

本研究では、耐食性を向上させたステンレス鋳鋼品の表面分析を行い、表面状態と耐食性との関係を明らかにした。

2 実験方法

2.1 試験片の作製

図 1 に、従来の注湯以降の製造工程を示す。試験片として、従来工程による実製品（以下、従来材）と溶体化処理工程、酸洗い工程及びショットブラスト工程の処理条件を検討し、JIS Z 2371 の中性塩水噴霧試験で 48 時間以内に赤錆を発生しない実製品（以下、開発材）を製造した。

2.2 表面状態の解析

従来材と開発材の耐食性の違いについて検討

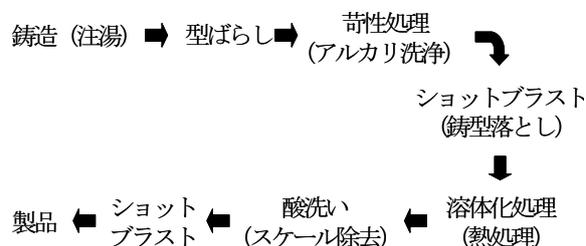


図 1 従来の注湯以降の製造工程

するために、表面近傍の金属組織を観察した。また、鋳肌面の不動態皮膜の形成状態を検証するために、機器分析で元素分布を確認した。まず、グロー放電発光分光分析装置（堀掘場製作所製 GD-Profiler2, 以下 GD-OES）による分析を行い、深さ方向の元素分布を調査した。さらに、光電子分光分析装置（アルバック・ファイ製 5600Ci, 以下 XPS）でアルゴンイオンによるスパッタ（6s, 50 回）による深さ方向の元素分布と化学状態を分析した。

3 実験結果および考察

3.1 金属組織の比較

図 2 に、従来材の断面組織を示す。内部は一部に δ フェライト組織が見られるオーステナイト組織であるが、表面近傍が濃色になっている。表面を拡大すると、基地組織のオーステナイト組織がマルテンサイト組織に変態していることが分かる。オーステナイト系ステンレス鋼は、加工誘起マルテンサイトの生成によって耐食性

* 山形精密鋳造株式会社

** 国立大学法人秋田大学大学院工学資源学研究所

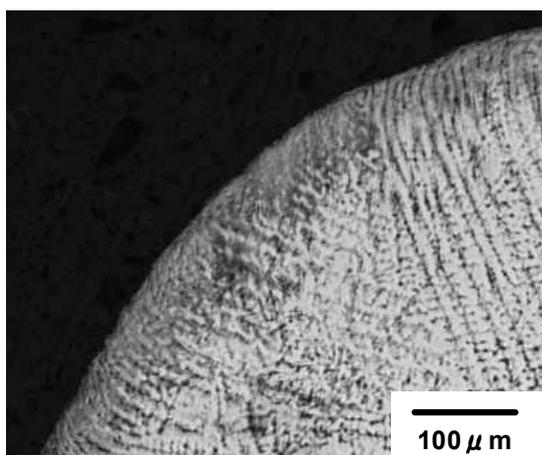
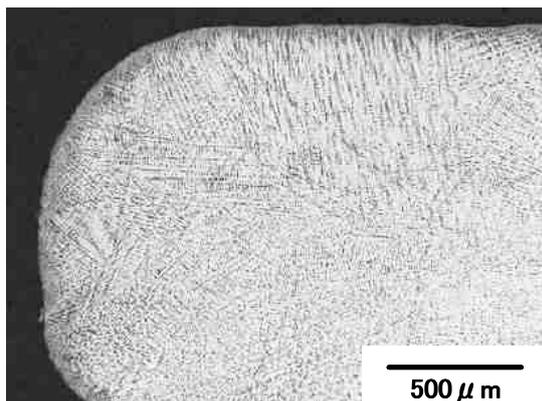


図2 従来材の断面組織
(エッチング液：カーリング液)

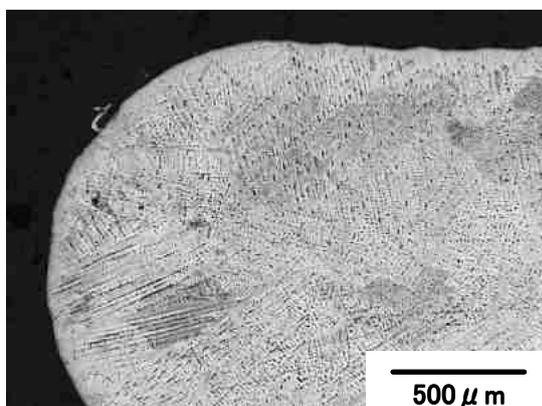


図3 開発材の断面組織
(エッチング液：カーリング液)

が劣化することが報告されている¹⁾。従来材は、最終工程でショットブラスト処理を行ったために、加工応力によりマルテンサイト変態し、耐食性が劣化したと考えられる。図3に、開発材の断面組織を示す。図2と同様に、オーステナイト組織を基地組織とし δ フェライト組織が点

在している。しかし、表面近傍は淡色のオーステナイト組織であることから、加工誘起マルテンサイト変態を抑制するための対策が耐食性向上に効果があったと考えられる。

3.2 GD-OESによる元素分布の確認

図4に、従来材、開発材及びSCS13と同じ化学組成である市販のSUS304鍛錬材（以下、鍛錬材）のGD-OESによる分析結果を示す。横軸は、測定時間とスパッタリングレートから換算した表面からの深さである。縦軸は、発光強度から換算した元素の含有量である。従来材はCr、Fe及びNiが同じように5nm付近まで単調に増加し、5nm以降はいずれの元素も一定の含有量であった。Fe-Cr合金では、12%Cr以上になると非晶質の不動態皮膜となり耐食性が向上するとされている²⁾が、従来材の鋳肌面では、酸化物中に存在するCrが少なく、耐食性に優れた皮膜を形成できなかつたと推測される。

開発材では、最表面にはFeが存在するが、Crも多く存在している。3nm付近にCrのピークが現れ、5nm以降は一定の含有量であった。Oは、従来材と同様に2nm付近にピークが現れたが、従来材とは異なり20nm程度までほとんど検出されなくなった。SiのピークはOのピークとCrの間、かつFeの含有量が一旦少なくなった位置に存在する。開発品と従来品の母材の化学成分は同じであるが、開発材のCr酸化皮膜にはFeが少なく、Siが多く含まれていることがわかった。

鍛錬材のCrも開発品と同様に3nm付近にピークが現れ、5nm以降は一定の含有量となった。しかし、開発材よりもピークが高くシャープな形状であった。また最表面には従来材と同様にFeが存在しているが、2nm付近ではSiのピークと反転していた。開発品と同様に酸化皮膜中にはSiが存在しているが、鍛錬材の方がCrの割合が大きい。さらに、4~5nm付近にはNiのピークも現れた。Cr酸化皮膜形成のためCrが減少し、相対的にNiが上昇したと考えられる。

一般にステンレス鋼の不動態皮膜は5nm程度と言われており²⁾、開発材も鍛錬材と同等の厚さの不動態皮膜が形成されていることがわかった。また、鍛錬材の不動態皮膜は、開発材よりもCr含有量が多く、Niも含まれており、開

発材とは皮膜の構成が異なることがわかった。

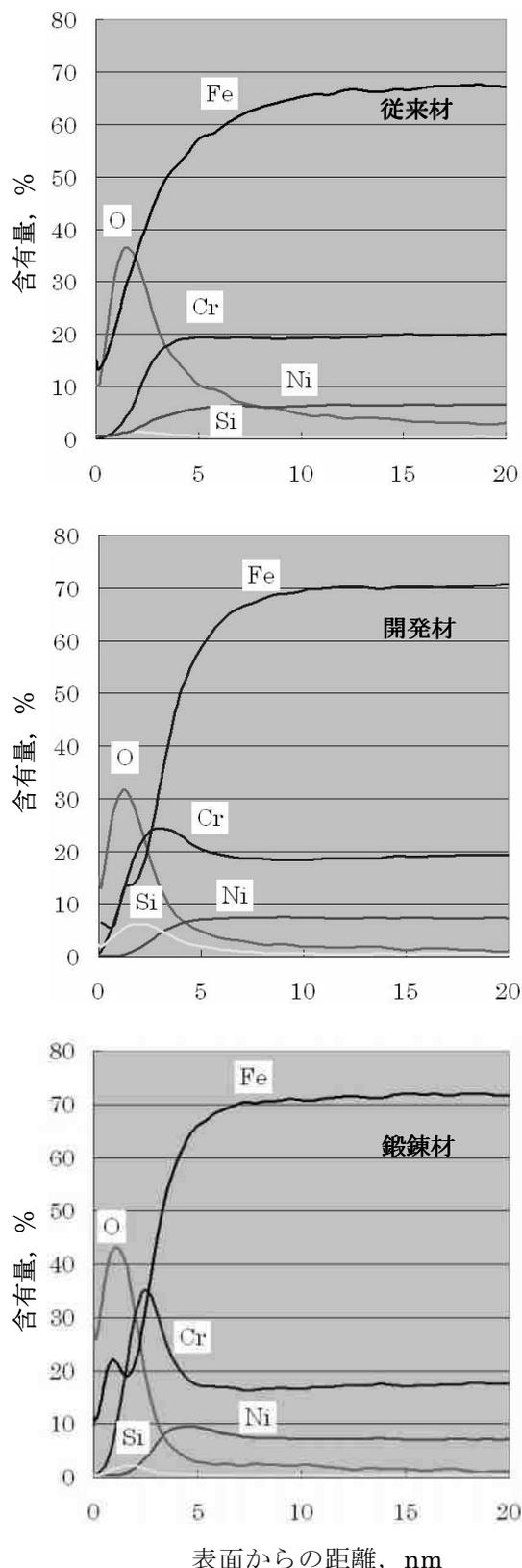


図4 GD-OESによる各元素の
デプスプロファイルの比較

3.3 XPSによる化学状態の確認

図5に、従来材、開発材及び鍛錬材のXPSの分析結果を示す。従来材のCr2pのプロファイルでは、Cr酸化物を示すピークが表面だけではなく深部まで存在し、スパッタ回数30回程度の深さからは金属状態でも存在した。Fe2pのプロファイルでは、Feは表面近傍では酸化物状態で存在し、30回程度の深さからは金属状態で存在した。O1sのプロファイルでは、最表面にSi酸化物を示すピークが存在し、10回以降は金属酸化物として深部まで存在した。Ni2pのプロファイルでも、30回程度から酸化物を示すピークが現れている。Si2pのプロファイルではピークが現れず、化学状態を確認できなかった。

開発材では、Cr酸化物を示すピークはスパッタ回数20回程度までであり、30回以降ではCrは金属状態であった。Feは極表面にはほとんど検出されなかった。15回以降は金属状態として検出され、表面からの距離とともに強度が大きくなった。Oは従来材と同様に最表面にSi酸化物を示すピークが存在し、10回から30回程度までSi酸化物と金属酸化物が混在した。しかし、従来材とは異なり30回以降は検出されなかった。Niは、従来材と同様に30回程度から酸化物として存在した。Siは、従来材と同様にピークが現れず、化学状態を確認できなかった。

鍛錬材のCrは、開発材と同様に30回以降は金属状態であるが、酸化物を示すピークは開発材より大きい。Feは10回程度まで酸化物として存在しているが、深さとともに金属状態となり強度が大きくなった。Oは従来材及び開発材とは異なり、最表面ではSi酸化物と金属酸化物が混在した。10回以降は金属酸化物として多く存在し、30回程度からはほとんど確認できなくなった。Niは、従来材及び開発材と同様に25回程度からピークが現れた。飛行時間型二次イオン質量分析法によるSUS304の酸化皮膜分析において、Ni酸化物がCr酸化物のわずかに下層に存在するという報告³⁾と同様であった。Siは従来材及び開発材と同様に、ピークが現れず、化学状態を確認できなかった。

開発材及び鍛錬材のCrやOの挙動から、スパッタ回数25回程度までがCrの不動態皮膜と推定される。また、鍛錬材の分析では、SUS304

の酸化皮膜では表面に Fe 酸化物が多く、その下層に Cr 酸化が存在しているという報告^{3), 4)}と同様の結果であった。開発材は表面にほとんど Fe が存在していないのに対して、従来品は 25 回程度まで Fe が酸化物として存在していることから、緻密な Cr 酸化皮膜が形成されていないことも従来品の耐食性劣化の要因と考えられる。いずれの材料でも GD-OES で最表面に検出された Si は XPS では検出されなかったが、O のプロファイルから Si 酸化物の存在が確認された。横溝ら⁵⁾は、SUS347 の不動態皮膜を硬 X 線励起光電子分光法によって分析し、Si は不動態皮膜中に複合酸化物として存在していると報告している。また、Si 酸化物は耐酸化性に効果がある⁶⁾ことから、開発材の耐食性向上には酸化皮膜中の Si の存在も関係していると考えられる。

XPS の結果からも GD-OES と同様に、開発材と鍛錬材では、Cr 酸化皮膜（不動態皮膜）の構成に違いがあることがわかった。開発材の酸化皮膜には、鍛錬材よりも多くの Si が酸化物として存在している。鋳鋼材と鍛錬材では製造工程が大きく異なり、鍛錬材は δ フェライト組織がなく結晶粒が細かいことなども、開発材と鍛錬材の不動態皮膜中の元素含有量に違いが現れている要因と推測される。

4 結 言

- 1) 従来材は、ショットブラスト処理によりマルテンサイト組織が生成していたこと及び、表面に安定な Cr 酸化皮膜を形成できる十分な Cr が存在していなかったために耐食性が劣化したと考えられた。
- 2) 開発材の鋳肌面はオーステナイト組織を保つとともに、鋳肌面には Si を含む 5nm 程度の Cr 酸化皮膜が形成されており、耐食性が向上したと考えられた。
- 3) 開発材の不動態皮膜には鍛錬材よりも多くの Si が存在しており、鍛錬材とは不動態皮膜の元素含有量に違いが見られた。

文 献

- 1) 吉田健一，瀬知啓久，濱石和人：鹿児島県工業技術センター研究報告, No.15(2001)

- 2) ステンレス協会：ステンレス鋼便覧—第3版—，日刊工業新聞社，1995，254 頁
- 3) 財団法人材料科学技術振興財団：分析事例 C0263，2012
- 4) 財団法人材料科学技術振興財団：分析事例 C0003，2011
- 5) 横溝臣智，高橋真：Spring-8 重点産業利用課題成果報告書(2010A)，2010，40
- 6) ステンレス協会：ステンレス鋼便覧—第3版—，日刊工業新聞社，1995，376 頁

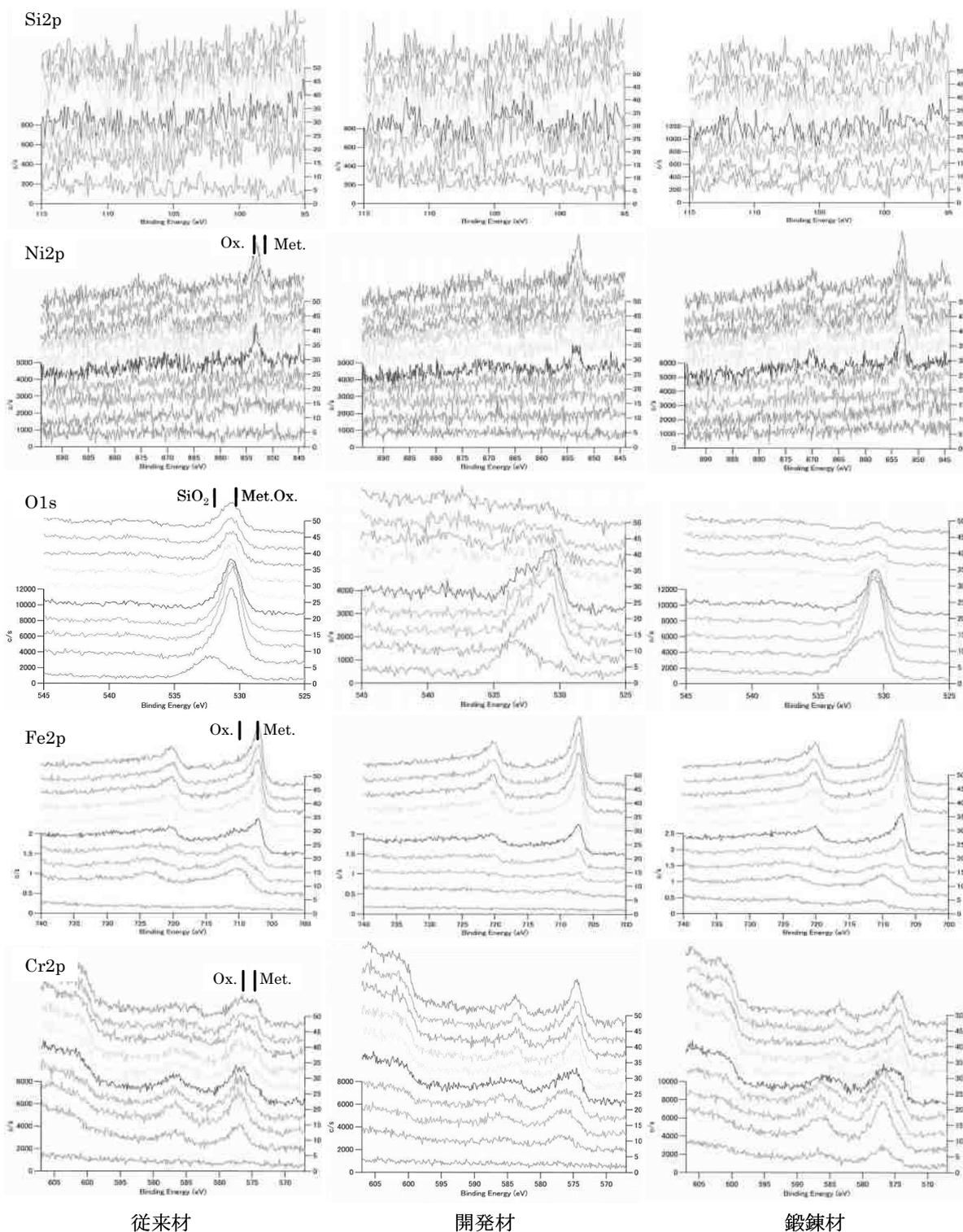


図5 XPSによる各元素の化学状態の比較

渦電流法による二相ステンレス鋳鋼品の非破壊フェライト率測定

【平成 22～23 年度 経済産業省戦略的基盤技術高度化支援事業】

村上穰 齋藤孝実 小川仁史 近尚之 松木俊朗 高橋裕和 藤野知樹 佐藤昇
牛澤勤* 橋本文雄* 鈴木浩* 中村保彦* 阿部利彦**

Non Destructive Testing for Ferrite Rate of Cast Duplex Stainless Steels By Using Eddy Current Method

Yutaka MURAKAMI Kazumi SAITO Hitoshi OGAWA Naoyuki KON
Toshiro MATSUKI Hirokazu TAKAHASHI Tomoki FUJINO Noboru SATO
Tsutomu USHIZAWA* Fumio HASHIMOTO* Hiroshi SUZUKI*
Yasuhiko NAKAMURA* Toshihiko ABE**

1 緒 言

ロストワックス鋳鋼品は、複雑な形状を精度良く比較的安価に鋳造することが可能である。ロストワックスステンレス鋳鋼品の中でも、強度と耐食性を兼ね備えた二相ステンレス鋳鋼 (SCS11) が近年注目されている。フェライト相とオーステナイト相の二つの組織が混在する SCS11 において、製品実体での相の比率 (フェライト率) の測定は、品質の管理上重要である。

従来のステンレス鋼におけるフェライト率測定は、例えば JIS Z 3119 (オーステナイト系及びオーステナイト・フェライト系ステンレス鋼溶着金属のフェライト量の測定方法) ¹⁾ に定められている顕微鏡組織観察による方法、組織図による方法および磁気的な装置による方法などがある。実製品の品質保証の観点からは、顕微鏡組織観察や X 線回折といった破壊を伴う測定法ではなく、非破壊での測定法が望ましい。その点で磁気的な測定はこれを満たすものである。

しかし、ロストワックス鋳造品は冷却速度が小さいため金属組織が大きく、従来の小径プローブによる磁気的な方法での測定では、製品の測定する箇所によりフェライト率の値が一定とならない問題がある。

本研究では SCS11 ロストワックス鋳鋼の実製品について、フェライト率を非破壊で高精度で検査できる方法を確立することを目標とした。

2 実験方法

2.1 試験片作製およびフェライト率の実測

ステンレスにおいて、Ni や Cr の含有量を変えることでフェライト率を制御することが出来ることが知られており、溶解凝固したステンレス鋼の相を示す代表的な状態図にシェフラーの組織図がある ^{1), 2)}。本研究ではシェフラーの組織図を参考に Ni や Cr の合金組成を 6 段階に変えて、φ25mm の丸棒試験片を砂型鋳造により作製した。表 1 に、試験片の組成を示す。

これらの試験片について、切断、研磨・琢磨をおこなった後にカーリング液で腐食させ、金属顕微鏡 (株式会社ニコン製 Eclipse MA200) を用いた画像解析 (三谷商事株式会社製画像解析ソフト WinROOF を使用) でオーステナイト率を求めた。SCS11 においてオーステナイト以外の相が全てフェライトであるという仮定のもと、フェライト率の定量化をおこなったため、このフェライト率の値にはマルテンサイトや炭化物を含んでいるものもある。

表 1 試験片の組成

	#1	#2	#3	#4	#5	#6	mass% JIS規格 (SCS11)
Ni	2.4	4.5	6.1	7.7	5.4	8.8	4.0~7.0
Cr	27.9	26.2	24.1	22.6	23.5	28.3	23.0~27.0
C	0.064	0.038	0.069	0.055	0.12	0.12	<0.08
Si	0.51	0.49	0.47	0.51	0.71	0.64	<1.5
Mn	0.45	0.41	0.46	0.47	0.39	0.44	<1.0
Si	0.009	0.01	0.008	0.008	0.008	0.007	<0.03
Mo	2.3	2.3	2.2	2.2	2.3	2.2	1.5~2.5

*山形精密鋳造株式会社 **株式会社 IFG

2.2 渦電流法によるフェライト率の測定

ロストワックス鋳鋼品に適した渦電流法によるフェライト率の簡易定量法を検討した。渦電流とは、金属の近くで磁界が変化した際に、金属表面に磁界を打ち消すような渦巻き状の電流が流れる現象である。これによりコイルには金属の磁気特性に応じた逆起電力が発生するため、コイルにかかる電圧を測定することで金属の磁気特性の変化、すなわちフェライト率の変化をつかむことができる。

まず、2.1で作製したそれぞれの試験片について、接触させたコイルの交流周波数を変えたときの渦電流の出力電圧の変化について調べ、フェライト率の測定に最適な周波数について検討した。この結果をもとに、渦電流フェライト率測定装置を作製した。装置の外観を図1に示す。

次にフェライト率測定装置についてプローブ（コイル）形状が測定に及ぼす影響について検討した。プローブ（φ25mm及びφ10mmの2種類）の端面を金属の平面に接して測定する方法と、プローブの内側にφ10mm、L50mmの丸棒の金属を設置し、より広い表面積で測定できる方



図1 フェライト率測定装置

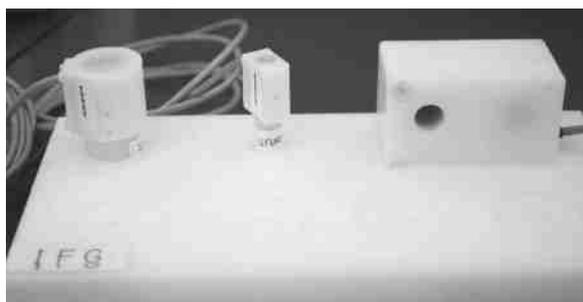


図2 測定に使用したプローブ

法の2種類を検討した。測定に使用したプローブを図2に示す。

2.3 ロストワックス試験片におけるフェライト率の測定

これまでの結果をもとに表1で示した砂型鋳造による6個の丸棒試験片から円盤状（φ25mm, t15mm）と棒状（φ10mm, L50mm）の標準試験片を作製し、フェライト率と起電力の関係調べた。その結果からSCS11のフェライト率測定用の検量線を作成し、ロストワックスステンレス鋳鋼品におけるフェライト率測定について検討した。

形状の違いや、冷却速度の影響を調べる目的で、現場で採取したロストワックス鋳造による丸棒試験片（φ10mm、鋳肌面）及び板状試験片（w15mm, t5mm, 研磨面）についてそれぞれ鋳放し品と熱処理品を用意した。フェライト率測定装置で値を求め、金属顕微鏡による実測値と比較した。

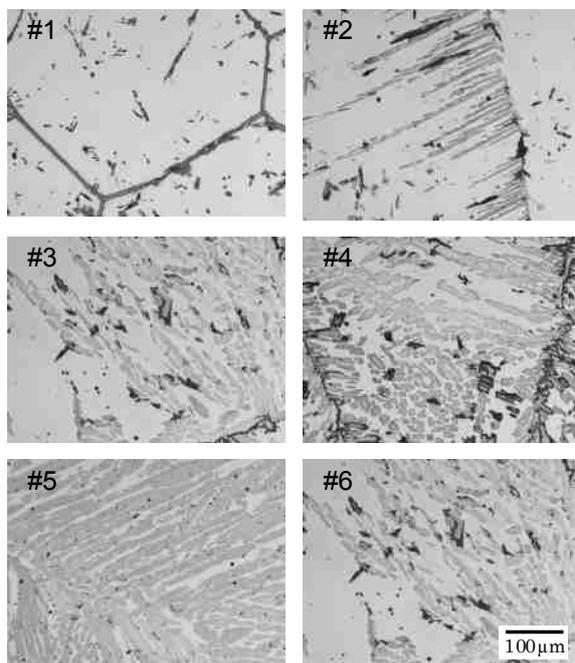


図3 試験片の組織

表2 画像解析による試験片のフェライト率 %

#1	#2	#3	#4	#5	#6
100	92	65	46	68	52

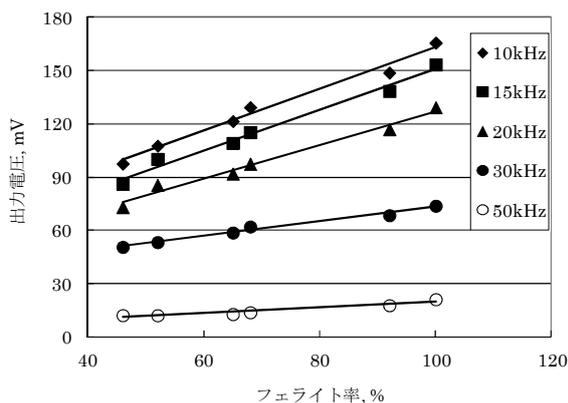


図4 周波数を変化させたときのフェライト率と出力電圧の関係

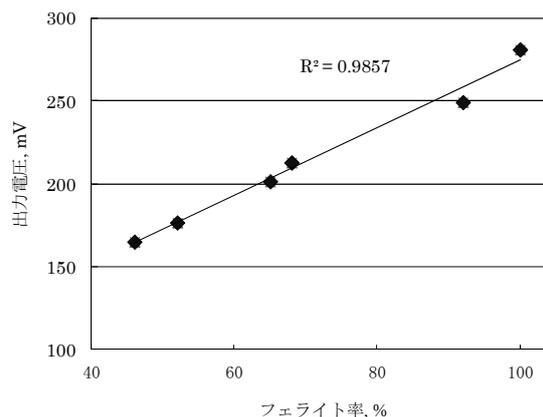


図5 φ25mm 平面用プローブによるフェライト率と出力電圧の関係

3 実験結果および考察

3.1 画像解析によるフェライト率の実測

2.1 で作製した試験片について、組織観察の結果を図3に示す。灰色部がオーステナイト組織、白色部がフェライト組織である。また画像解析によるそれぞれの試験片のフェライト率を表2に示す。試験片の合金組成が異なることで金属組織が異なり、またフェライト率が大きく変化していることが確認された。

3.2 渦電流法によるフェライト率測定

図4に、6個の円盤状標準試験片について、コイルの交流周波数を変化させた際の渦電流の出力電圧を示す。周波数を大きくすると出力電圧は低下する傾向が見られるが、いずれの周波数でもフェライト率と出力電圧の間には良好な相関が確認された。もっとも良い相関が得られた周波数は20kHz ($R^2=0.99$)であった。以後の渦電流によるフェライト率測定は、交流周波数を20kHzに固定して測定することにした。

φ25mm 平面用プローブを用いてフェライト率を測定した際の、フェライト率と渦電流の出力電圧の関係を図5に、φ10mm 平面用プローブを用いた際のものを図6に、丸棒用プローブを用いて測定した際のものを図7に示す。それぞれのプローブにおいて良好な相関がみられ、最も R^2 が大きいのは丸棒用プローブを使用したときであった。これは測定に使用する面積が大きいことが影響していると考えられる。

以上の結果から、いずれのプローブもフェライト率測定に採用できると判断された。

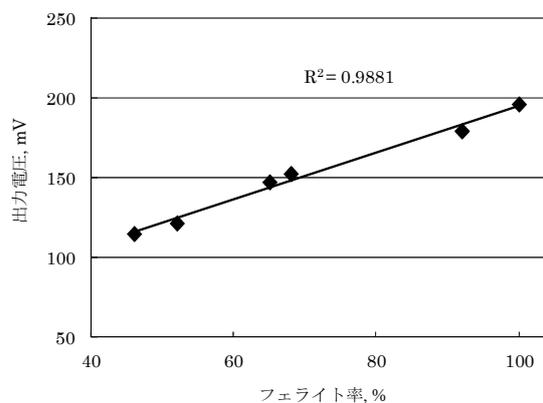


図6 φ10mm 平面用プローブによるフェライト率と出力電圧の関係

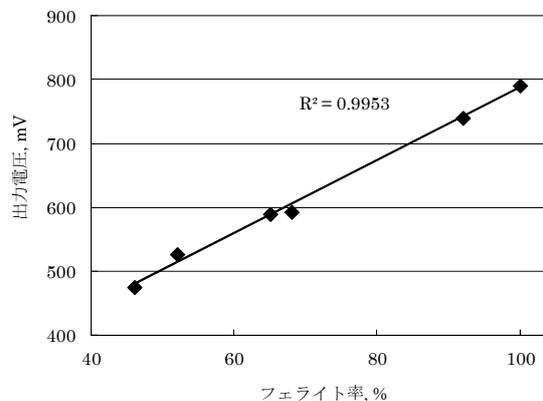


図7 丸棒用プローブによるフェライト率と出力電圧の関係

3.3 ロストワックス試験片における検量線の信頼性

これまでの結果をもとに標準試験片から検量線を作成した。 R^2 はいずれのプローブでも0.98以上の値であり、信頼性は確保されていると考えられる。

表3に、ロストワックス鋳型で製造した試験片

表3 ロストワックス試験片における
フェライト率の装置による測定値と
画像処理による実測値の関係.

試料		測定値(%)	実測値(%)
板状試料	鋳放し	62	71
	熱処理	59	58
棒状試料	鋳放し	64	69
	熱処理	60	60

について、作成した検量線を用いて測定した値と実測値を示す。鋳放し品ではいずれのプローブでも測定値と実測値に比較的大きな差が見られた。しかし、熱処理後の試験片ではいずれのプローブでも測定値と実測値はほぼ一致している。

鋳放し品は、画像解析ではフェライト組織とオーステナイト組織の区別がつきにくく、フェライトが多く計算されたが、熱処理によってこれらの組織は区別がつきやすくなったため、測定値と実測値が一致したと考えられる。その原因の解明および熱処理の有無をふくめ、今後さらに高精度なフェライト率測定について検討を行う予定である。

4 結 言

渦電流法によるステンレス鋳鋼品のフェライト率の簡易定量法を検討し、測定条件を決定した。6個の標準試験片を用いて検量線を作成し、ロストワックス鋳型による試験片について測定値と金属顕微鏡による実測値を比較した。熱処理後の試験片を測定することで、高い精度でかつ非破壊でフェライト率を把握することができた。

文 献

- 1) JIS Z 3119:2006 オーステナイト系及びオーステナイト・フェライト系ステンレス鋼溶着金属のフェライト量の測定方法
- 2) 例えば日本金属学会：鉄鋼材料，1985，p.173.

抄 録 / 論 文 発 表

電磁駆動型 2 軸可動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
電気学会論文誌 E, Vol.132, No.2, pp.24-31
(2012)

電磁駆動型 2 軸可動グレーティングと光 MEMS ミラーを作製し、これらを組み込んだファイバー型光干渉計を構成した。作製した可動グレーティングは、10mA 以下の駆動電流で干渉光の全波長帯域である 1400-1700nm の分光が可能であった。本干渉計によって、定点深さの計測における標準偏差として 0.6 μ m、1 μ m 段差の計測値として 0.98 μ m が得られた。さらに IC プロセス面のウェハ裏面からの 3 次元計測が可能であることを示した。

2 バイトテクスチャー試験における測定速度条件の検討

野内義之 安食雄介 飛塚幸喜 佐々木朋子*
神山かおる*
日本食品科学工学会誌, Vol. 59, pp. 96-103
(2012)

厚生労働省が「えん下困難者用食品」の評価法に採用した 2 バイトテクスチャー試験について、測定速度が測定値に与える影響を検討した。市販の圧縮試験機 4 機種を用い、測定速度 1 mm/s および 10 mm/s の 2 条件にて試験動作を比較したところ、1 mm/s では、各試験機とも問題なく 2 バイトテクスチャー試験を実行できた。しかし、測定速度 10 mm/s では動作方向反転時のノイズや設定距離を超過した圧縮、加速度設定による動作の遅れ等、機種毎に様々な違いが現れた。これらは測定速度が速くなった事により現れた機種特性であり、測定値に影響を与える事が示唆された。

*独立行政法人農業・食品産業技術総合研究機構食品総合研究所

Synthesis of Graft Terpolymers by Addition Reaction of Amino-Terminated Polyether to Poly(methacrylate)s Bearing Five-Membered Cyclic Dithiocarbonate Moieties and Application of the Graft Terpolymers for Wool

平田充弘 渡邊健 落合文吾* 遠藤剛**
Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry, Vol. 50, pp. 3259-3268 (2012)

側鎖にポリエーテル、主鎖にポリ(メタクリル酸エステル)をもつグラフトコポリマーは *graft-onto* 法で合成した。*graft-onto* 法は、ポリエーテルの末端アミノ基をポリ(メタクリル酸エステル)の側鎖、5 員環ジチオカーボナートへ付加反応させることで行った。グラフト効率は側鎖の立体障害が高いため低かった(9-34%)。得られたグラフトコポリマーのガラス転移点はポリエーテル鎖の導入量に応じて低下した。付加反応によってグラフトコポリマーの側鎖に生成したチオール基をジスルフィド交換反応によってウールの改質へ応用を試みたところ、グラフトコポリマーの導入量に応じて改質ウールの紅花赤色素に対する染着性が増加した。

*山形大学院理工学研究科 **近畿大学分子工学研究所

カーボンナノチューブ複合ニッケルめっき多層膜の創成

加藤睦人 鈴木庸久

表面技術協会第 125 回講演大会 (2012.3.13)

我々は、機械的強度、熱伝導性に優れたカーボンナノチューブ (CNT) を応用し、超薄型電着砥石の開発を行っている。被膜最表面に多く取り込まれやすい CNT を被膜中に均一に CNT を分布させるため、めっきの工程と CNT を電気泳動的に体積させる工程を交互に繰り返し、多層めっき被膜の形成を試みた。その結果、泳動電圧が 1.7V/cm 以下とすることで、CNT 複合 Ni めっき多層膜を形成可能であることがわかった。

進行波モード超音波振動板による音響流の FEM 解析

村岡潤一 鈴木庸久

日本機械学会東北支部第 47 期総会講演会 (2012.3.13)

音響流によるナノ粒子、化学種の運搬、攪拌を行うため、周方向に節が回転する円形の進行波型超音波振動板を設計し、その流れ場について、有限要素法を用い、流体解析を行った。その結果、時刻 0.013sec において、開放境界近傍で進行波と逆向きの流れを生じることがわかり、その速度は 0.04~0.09mm/sec であった。

カーボンナノチューブ被覆ダイヤモンド砥粒の摩擦・摩耗特性

鈴木庸久 加藤睦人 村岡潤一

日本機械学会東北支部第 47 期総会・講演会 (2012.3.13)

CNT 被覆砥粒の加工性能を明らかにするために、電着法および放電プラズマ焼結法により CNT 被覆砥粒を含有する Ni 基薄型砥石を作製し、ボールオンディスク方式の摩擦・摩耗試験を行った。ガラス球に対する摩擦力 (摩擦係数) および耐摩耗性を評価し、CNT 被覆砥粒の加工

性能について考察した。

進行波モード超音波振動板による音圧分布の FEM 解析

村岡潤一 鈴木庸久

2012 年度精密工学会春季大会学術講演会 (2012.3.15)

音圧によるめっき浴の分散を行うため、進行波型超音波振動板を設計し、その音圧分布について、有限要素法を用い、音響解析を行った。その結果、めっき浴内の音圧分布は、天蓋の高さ h の影響を大きく受けることがわかった。特に B13 振動板、 $h=50\text{mm}$ は、他の条件と比べ音圧が 3~8 倍大きく分散に適していることがわかった。

石英ガラス研削におけるき裂深さに関する研究

松田丈 江端潔

2012 年度精密工学会春季大会学術講演会 (2012.3.16)

石英ガラスの研削面に発生するき裂は製品の信頼性や後工程に大きな影響を与えるため、研削面にはき裂がなく、かつ鏡面が求められている。また、生産現場では表面粗さからき裂深さが推測されており、その関係性は明確にされていない。本研究では、傾斜研磨とフッ酸エッチング、形状測定を組み合わせることでき裂深さを測定し、表面粗さとき裂深さの関係を調査した。

カーボンナノチューブ複合メタルボンド薄型砥石の耐摩耗性

鈴木庸久 加藤睦人 村岡潤一

2012 年度精密工学会春季大会学術講演会 (2012.3.16)

放電プラズマ焼結により CNT 含有量の異なる Ni 基複合材料および薄型砥石を作製し、鋼球およびガラス球に対する反応性、耐摩耗性および摩擦係数を定量的に評価し、CNT 複合化がトライボロジー性能に及ぼす影響について考察した。

カーボンナノチューブ複合化による高性能加工ツールの開発

鈴木庸久

第 205 回電気加工研究会 (2012.6.13)

均一な CNT 複合めっき被膜の形成およびその機械的特性, CNT との相互作用が知られているアミノ基を UV 処理によりダイヤモンド砥粒の修飾する技術, CNT を被覆した砥粒の開発について, それを用いて高性能加工ツールについて報告した。

Friction and wear properties of nickel matrix reinforced by carbon nanotubes for electroformed blades

鈴木庸久 加藤睦人 齊藤寛史 飯塚博*

3rd International Conference on nano Manufacturing (2012.7.26-27)

超音波を援用した直流めっき法および PR パルスめっき法を用いて, カーボンナノチューブ (CNT) 含有量の異なる CNT 複合ニッケルめっき被膜を成膜し, 摩擦・摩耗試験を行ったところ, 高濃度に CNT を含んだ複合ニッケルめっき被膜において, 摩擦力の低減および耐摩耗性の向上が確認できた。

*山形大学

石英ガラス研削におけるき裂深さの変化

江端潔 松田丈

2012 砥粒加工学会学術講演会 (2012.8.30)

石英ガラス研削面を研磨で仕上げるときは, 研削面粗さをもとに研磨量が判断されているが, 除去すべきき裂深さと粗さの関係はわかっていない。そこで, 研削試験片のき裂深さをセリア傾斜研磨とフッ酸エッチングを組み合わせで測定し, 粗さと比較した結果, 仕上げ研削によって粗さを向上させても, 総切込み深さが不十分であれば, 前加工面のき裂が残留すること, ならびに前加工面のき裂深さ測定値の 2 倍が総切込み深さとして適正であることがわかった。

進行波モード超音波振動板による砥粒集中度の制御

横山和志 鈴木庸久 村岡潤一 山吉康弘*

2012 砥粒加工学会学術講演会 (2012.8.31)

我々は, カーボンナノチューブ複合めっき技術を利用した, 高性能・超薄型電鍍ブレードの開発を進めており, めっき中での砥粒集中度制御を目的として超音波振動板の設計・開発を行った。本報では, 作製した振動板の定在波モード, 進行波モードの励振状態をレーザードップラー振動計により測定し, その後, それぞれの励振モードがダイヤモンド砥粒に及ぼす影響を調べた。

*山形大学工学部

多孔質シリコンの形成と赤外線特性

矢作徹 岩松新之輔 渡部善幸 小林誠也

表面技術協会第 125 回講演大会 (2012.3.13)

多孔質シリコン (PSi) はフッ酸溶液中における単結晶 Si の陽極酸化で形成される。本研究では諸条件における PSi 形成技術及びその赤外線特性について検討した。フッ酸溶液に界面活性剤を添加することにより無添加の場合に比べてより緻密な PSi ピットを形成した。熱画像測定を行ったところ PSi 形成ウエハでは無処理の場合に比べて輻射率が大きくなった。FT-IR で赤外吸収スペクトルを測定したところ広範な波長領域で赤外線透過率が小さくなった。これは PSi 形成により Si 表面が赤外線の波長オーダーで粗面化されたためと考えられる。

マイクロ化学分析システムのための微小液滴の攪拌と化学発光反応

小林誠也 牧野英司* 佐々木愛*

小山崇宣** 成田学人** 峯田貴***

2011 年度精密工学会東北支部講演会 (2011.10.21)

SU-8 で作製したはっ水性表面上で, 振動を加えながら 2 液滴を攪拌する際の, 周波数や振幅の変化が及ぼす効果を調べた。さらに, 同じはっ水面上で, ルミノールと過酸化水素の液滴を混合した際の化学発光特性を調べ, 2 液の混合による発光強度の変化と, 過酸化水素濃度と

発光強度の相関を明らかにした。

* 弘前大学大学院理工学研究科

** 弘前大学工学部知能機械システム工学科

*** 山形大学大学院理工学研究科

電磁誘導による MEMS アクチュエータの動作モニタ

渡部善幸 小林誠也 岩松新之輔 矢作徹
佐藤勝裕* 大泉則一*

電気学会 E 部門総合研究会 (2012.6.11)

磁場勾配中の薄膜コイルに作用する電磁力で駆動する MEMS ミラーやグレーティングの開発を行ってきた。動作を精度良く制御するには、角度や振動振幅などの動作をモニタする必要がある、 piezo 抵抗で検知する方法などが報告されている。本報告では、可動体上に形成した薄膜コイルにより誘導起電力を検出し、動作をモニタする方法について理論的考察を行い、実験結果との対比を行った。

* ミツミ電機株式会社

多元スパッタ成膜法を用いた a-InGaZnO₄ 酸素欠損層の形成

岩松新之輔 矢作徹 渡部善幸 小林誠也
竹知和重* 田邊浩*

第 59 回応用物理学連合講演会 (2012.3.17)

a-IGZO 酸素欠損が TFT 特性へ及ぼす影響については、S/D 電極との接触抵抗の低下、バックチャネルの低抵抗化によるオンオフ特性の劣化等が報告されており、TFT 特性の安定性を確保する上で a-IGZO の酸素欠損制御は重要な課題と考えられている。しかしながら、酸素欠損状態にある a-IGZO 自体の物理的特性については、詳細な評価は行われていない。本研究では、多元スパッタ法を用いて S/D 電極金属 Ti と a-IGZO の複合膜 a-InGaZnTiO_x を成膜することで S/D 電極- a-IGZO 界面と等価的構造の薄膜を形成し、作製した複合膜の組成分析および結合状態分析、シート抵抗評価を行うことで、a-IGZO 酸素欠損の発生メカニズムと TFT 特性に及ぼす影響について考察した。

* NLT テクノロジー株式会社

Depth Profiling Study on Amorphous InGaZnO₄ Thin-Film Transistors by X-ray Photoelectron Spectroscopy

岩松新之輔 竹知和重* 矢作徹 渡部善幸
田邊浩* 小林誠也

AM-FPD'12 (2012.7.5)

Ti 及び Mo をソース又はドレイン電極とする a-IGZO 薄膜トランジスタについて、電極部の XPS デプスプロファイリングを行った。XPS 分析により、Ti/a-IGZO と Mo/a-IGZO とでは、接合部における物質の化学的状态が異なることが示唆された。バックチャネルの化学状態もまた、電極金属により異なることが明らかとなった。

* NLT テクノロジー株式会社

フルバランス型開口訓練器の開発

久松徳郎 中野哲 大津加慎教 里見孝*¹

小林武仁*¹ 秋山孝夫*² 後藤勇吉*³

斎藤輝彦*³ 江口幸也*⁴

プラスチック成形加工学会第 19 回秋季大会 (2011.10.15)

山形大学医学部で考案された開講訓練器の研究成果を実用化するため、産学官連携体制のもと、樹脂型を用いて試作品を 150 セット射出成形した。同大学を通じて全国 7 つの医療機関に対し同訓練器を配布し、臨床データの収集を行い、有用性の確認と使い勝手の検討を行った。

そのうち、山形大学医学部附属病院で手術後開口障害が生じた 13 例に対して開口訓練を施行した結果、ほとんどの症例で医学的な改善がみられ術後のリハビリ訓練に有効であることが確認された。

*¹ 山形大学医学部 *² 山形大学工学部

*³ 斎藤金型製作所 *⁴ 山形産業技術振興機構

接種により延性を改善した高マンガ ン含有球状黒鉛鑄鉄の諸特性

松木俊朗 小川仁史 松田丈 村岡潤一
山田享 長谷川文彦* 長谷川芳文*
来次浩之**

(公社)日本鑄造工学会 第 159 回全国講演大会
(2011.10.16)

近年、球状黒鉛鑄鉄においてマンガ
ン(Mn)含有量の増加に伴う延性の低下が課題となっ
ている。本研究では、比較的高い 0.6%の Mn を含
有した球状黒鉛鑄鉄において、接種による延性
の改善を試みるとともに、試作材料の特性評価
を行った。

その結果、接種の最適化により高 Mn 材料で
も異常組織(チル)を抑制し延性を改善できるこ
と、試作材料(高 Mn)の疲労特性、切削性等が
従来材料(低 Mn)と同等であることを明らかに
した。

*カクチョウ株式会社 **山形県立産業技術短期
大学校

地域特産物の高付加価値利用 ーラ・フランス果実の香りに着目した新 食品素材開発ー

飛塚幸喜

第 59 回日本食品科学工学会大会 (2012.8.29)

第 55 回果汁技術研究発表会 (2012.9.14)

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、飲料等)が市
販されている。

麴による食肉加工

飛塚幸喜 安食雄介 野内義之

第 59 回日本食品科学工学会大会 (2012.8.30)

牛および豚ひき肉に米麴粉末を加え 20℃で

保持したところ、遊離アミノ酸が最大で約 10
倍に増加し、ペプチドは約 2 倍に増加した(24
時間後)。麴で肉を処理することにより肉のう
ま味が増す可能性が示唆された。

麴で処理した肉のタンパク質を SDS-PAGE
に供したところ、ミオシン重鎖やアクチンなど
の主要な筋原線維のバンドが消失するなどの著
しい変化は見られず、麴処理における肉タンパ
ク質の変化は比較的穏やかであると思われた。

梳毛糸のカチオン化処理と紅花染め による農色化の検討

平田充弘 渡邊健

日本繊維機械学会第 65 回年次大会 (2012.6.1)

2/48 梳毛糸(メリノウール 21 μ m)へ反応性第
4 級アンモニウム塩系によるカチオン化改質加
工を行い、県産紅花から抽出した赤色と黄色の
色素による染色性を調べた。カチオン化改質加
工の条件は、加工糸の強伸度と染色糸の表面染
色濃度(K/S)520nm から、80 $^{\circ}$ C, 40 分, pH =
10-11 が最適だった。赤色と黄色の色素の配合
比を変えてカチオン化梳毛糸を染色したとこ
ろ、ポリ(ジアリルジメチルアンモニウム)塩
系で改質した糸に対し反応性第 4 級アンモニウ
ム塩系で改質した糸の $L^*a^*b^*$ 表色系の色度図
上で色相・彩度の表示が高い直線性を示した。

二相ステンレス鑄鋼品における非破壊 でのフェライト率測定

小川仁史 佐藤昇 高橋裕和 松木俊朗 村上
穰 齋藤壱実 近尚之 藤野知樹 中村保彦*
鈴木浩* 橋本文雄* 牛澤勤* 阿部利彦**
鑄造工学会東北支部第 85 回鑄造技術部会
(2012.7.24)

二相ステンレス鑄鋼(SCS11)におけるフェ
ライト率を簡便に定量するため、渦電流方式フ
ェライト率測定装置を開発することとした。フ
ェライト率の異なる試料を作製し、画像解析を
行い、検量線を作成した。同時に、測定対象の
多様な形状に対応するため、3 種のプローブを
備えた。開発した簡易装置において測定精度を
確かめるため、再度、画像解析値と比較検討を

行った。熱処理品においては形状によらず、画像解析値と同じ値であることが確かめられた。

*山形精密鋳造株式会社 **株式会社 IFG

‘紅さやか’アントシアニンの生理機能と加工利用

菅原哲也 石塚健 長俊広 五十嵐喜治*

平成 23 年度産業技術連携推進会議東北地域部
会秋季食品・バイオ分科会(2011.10.27)

‘紅さやか’は山形県が開発したオウトウの栽培品種であり、果皮・果肉にアントシアニン色素を多量に含むことが最大の特徴である。

‘紅さやか’の主要なアントシアニンおよびフラボノイドを同定するとともに、動物実験により、その生体吸収性および種々の生理機能を明らかにした。さらに、県内企業と連携し‘紅さやか’を活用して、サクランボ天然色素を活かした果実加工素材や麺製品、洋菓子、デザート等を試作・開発した。

*山形大学農学部

日本ナシ果実のポリフェノールとラジカル消去活性および季節変動

菅原哲也 五十嵐喜治*

日本食品科学工学会第 59 回大会(2012.8.31)

山形県で栽培される、日本ナシの主要な栽培品種である‘幸水’、‘豊水’を結実直後(6月)から完熟(9月)まで経時的に採取し、Brix、ラジカル消去活性、総ポリフェノール濃度、ポリフェノール成分を測定し、品種間で比較した。さらに日本ナシ成熟果において、アルブチンやクロロゲン酸等の主要なポリフェノール成分の局在部位(果皮、果芯、果肉)を解析するとともに、DPPH ラジカル消去活性との相関を考察した。

*山形大学農学部

研究成果広報委員

久松徳郎	佐藤敏幸
松田義弘	渡部光隆
小林誠也	中野哲
飛塚幸喜	松木和久
石塚健	

山形県工業技術センター報告 No.44 (2012)

2013年(平成25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
