

山形県工業技術センター報告

REPORTS OF YAMAGATA RESEARCH INSTITUTE OF TECHNOLOGY

No.45 (2013)

山形県工業技術センター

YAMAGATA RESEARCH INSTITUTE OF TECHNOLOGY

目 次

論 文

介護寝巻用高機能テキスタイルの開発	1
齋藤洋 高橋美奈子 向俊弘	
破碎層評価に基づく石英ガラスと高密度セラミックスの低損傷研削	5
江端潔 松田丈	
楕円振動切削による薄肉・低剛性材料の加工技術の開発	11
齊藤寛史	
生産現場での適用を優先したセンサデータ収集システムの開発と実証	16
境修 大沼広昭 松木和久 一刀弘真 中村修 近尚之	
高機能めっき皮膜を用いた信頼性の高い電子基板の実用化	20
三井俊明 田中弥公夫	
モヘア糸の改質加工と紅花染め製品への応用	24
平田充弘 渡邊健 向俊弘	
「山形酒 104 号」の醸造特性について	28
工藤晋平 村岡義之 石垣浩佳 小関敏彦	
抄 録	32

CONTENTS

Papers

Development of High Functionality Nursing Care Textile.....	1
Hiroshi SAITO Minako TAKAHASHI Toshihiro MUKAI	

Low Damage Grinding of Quartz Glass and High Density Ceramics Based on Numerical Evaluation of Grinding Defects	5
Kiyoshi EBATA Takeshi MATSUDA	

Development in Cutting Technology of Thin Plate and Low Stiffness Material by Applying Elliptical Vibration Cutting	11
Hiroshi SAITO	

Development of Factory Used Sensor Data Aggregation System	16
Osamu SAKAI Hiroaki OHNUMA Kazuhisa MATSUKI Hiromasa ITTOH Osamu NAKAMURA Naoyuki KON	

Development of Electroless Ni-P Plating for High Reliable Printed Circuit Board	20
Toshiaki MITSUI Yakobu TANAKA	

Modification of Mohair by Cationization and Dyeing with Pigments of Safflower and Tannic Acid	24
Mitsuhiro HIRATA Takeshi WATANABE Toshihiro MUKAI	

Brewing Properties of "Yamagatasake 104 "	28
Shinpei KUDO Yoshiyuki MURAOKA Hiroyoshi ISHIGAKI Toshihiko KOSEKI	

Abstracts	32
-----------------	----

介護寝巻用高機能テキスタイルの開発

齋藤洋 高橋美奈子 向俊弘

Development of High Functionality Nursing Care Textile

Hiroshi SAITO Minako TAKAHASHI Toshihiro MUKAI

1 緒 言

県内織物産地は、高い技術力をもつ国内有数の総合産地となっている。しかし、他産地並びに海外製品との競合が激化していることから、新たな分野への進出を視野に入れた展開が求められている。

一方、全国的に高齢化が進行し要介護者数は年を追う毎に増え続け、今後も拡大の一途をたどると考えられる。高齢化とともに福祉関連市場が拡大しており、福祉関連分野は、当繊維産地においても有望な分野になるものと考えられる。

このようなことから、快適な介護を実現するために身近で使用頻度が高い製品として、介護寝巻に着目した。介護寝巻は、脱着のしやすさなど構造を工夫した製品が販売されているが、生地機能性を重視したものはほとんど見られなかった。そこで、本研究では生地への機能性を付与する技術と複数の機能性を最も有効に発現させる条件について検討を行った。

2 実験方法

まず介護寝巻に求められる機能を知るために、介護現場、ヘルパー経験者の方などから聞き取りを行った。被介護者は快適性、着やすさを求める傾向があり、介護者は寝巻の取り扱いやすさや着せやすさを求める傾向があった。具体的には、吸水性、吸放湿性、伸縮性、通気性、はっ水性などが求められていることがわかった。また、現在市販されている介護用寝巻の性能評価を行ったところ、はっ水性は全く無く、伸びなどの伸張特性が不足していることがわかった。

そこで、介護者及び被介護者共に早急に必要な複合機能として、水系のものをこぼしてもすぐには浸透しないはっ水性、ムレ低減など快適性の指標となる吸放湿性、着用のしやすさ、させやすさの指標となる伸長特性についてそれぞれの機能

が両立するよう複合化の検討を行った。はっ水性の向上に関しては繊維加工の面から、吸放湿性、伸長特性の向上に関しては、素材の面からアプローチした。

2.1 はっ水機能

主なはっ水剤にはフッ素系とシリコン系があり、その性能を比較した。加工方法は、はっ水加工液に浸漬後、マングルで絞り、乾燥及び乾熱処理を行った。

フッ素系については、フッ素系はっ水剤（日華化学㈱、NK ガード S-33）の濃度は 50g/l とし、処理条件は予備乾燥 110℃×2 分、乾熱処理 180℃×2 分で加工を行った。また、洗濯耐久性の向上を目的にイソシアネート系架橋剤（日華化学㈱、NK アシスト FU）10g/l を添加した加工も行った。シリコン系については、シリコン系はっ水剤（日華化学㈱、DRYPON 600E）50g/l＋触媒（日華化学㈱、DRYPON Z-7）30g/l の濃度とし、処理条件は予備乾燥 105℃×3 分、乾熱処理 150℃×3 分で加工を行った。はっ水度は、JIS L 1092 により評価した。

2.2 吸放湿機能

市販の介護寝巻素材は綿 100%がほとんどで、吸湿性は高いが放湿性は緩慢であるため、ポリエステルとの混紡糸を使用し、吸放湿性のバランスの良い比率について試験した。綿／ポリエステルの混用比は 9 段階とし、小型環境試験機（エスペック㈱、SH-661）を用いて温度 20℃、湿度 95%RH の環境下で 3 時間吸湿させた。その後標準状態（温度 20℃、湿度 65%RH）の恒温恒湿室にて放湿させ、時間経過による水分率の変化を測定した。

2.3 伸長率及び伸張回復機能

精紡交撚糸の生地、通常紡績糸の生地、綿 100% JIS 添付白布について伸長特性の比較を行った。精紡交撚糸とは、精紡工程で 2 本の粗糸から紡績した糸で、かさ高性や柔軟性に富む糸であ

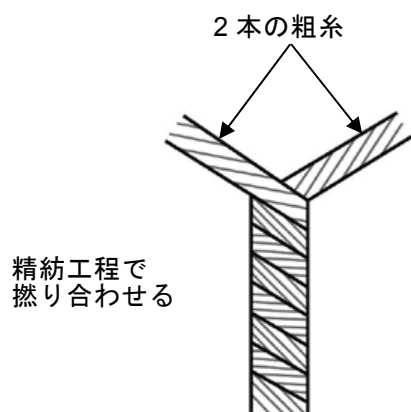


図1 精紡交擦糸

る（図1）。伸長特性はJIS L 1096により伸長率および伸張回復率を評価した。

2.4 介護寝巻試作

開発した生地を使用し、夏用パジャマの試作を行った。前立て打ち合わせは、着やすさを目的とし、ボタンの代わりにマジックテープを取り付ける仕様とした。試作品は、介護施設に依頼し、実際に被介護者の方に使用していただいた。

3 実験結果および考察

3.1 はっ水機能

はっ水度試験結果を図2に示す。未加工の生地ははっ水度1級であり、水がしみ込む状態である。はっ水加工を行ったものについては、はっ水度5級（最高等級値）の高いはっ水効果が得られたが、洗濯の耐久性は、シリコン系、フッ素系、いずれのはっ水剤でも洗濯15回ではっ水度2級にまで低下した。しかし、フッ素系はっ水剤とイソシアネート系架橋剤を併用した生地においては、洗濯15回でもはっ水度4級を維持することができた（図3）。

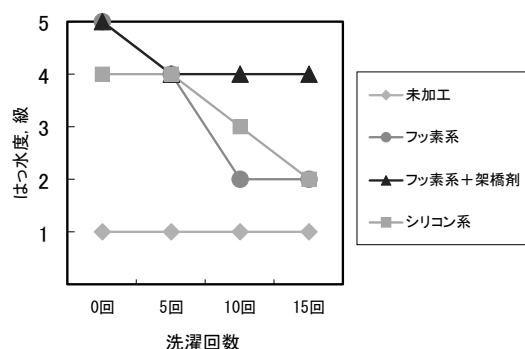
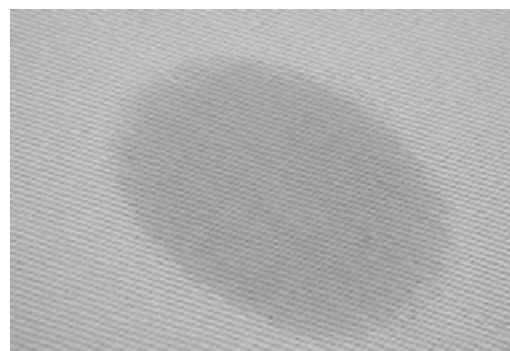


図2 はっ水性と洗濯耐久性



(a) 未加工



(b) シリコン系（洗濯15回）



(c) フッ素系+架橋剤

図3 はっ水効果

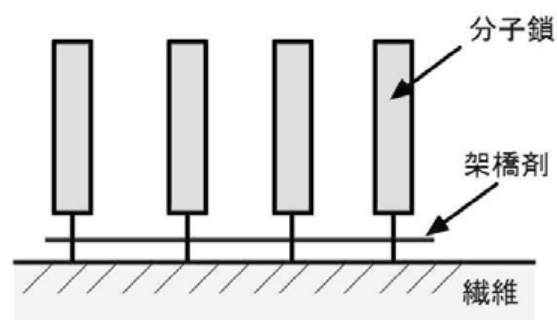


図4 架橋剤による耐久性向上効果

フッ素系はっ水剤は、水や油になじまない分子鎖を持っており、繊維や皮革の表面に付着して、素材表面に分子鎖が直立したような状態を作り出して水や油を弾いているが、スレなどで分子鎖が剥がれ、効果が落ちやすい。イソシアネートは、NCO 基を含む有機化合物であり、フッ素加工剤の分子鎖がイソシアネートで架橋されることにより、耐久性が向上していると考えられる(図4)。

3.2 吸放湿機能

「未加工」、「フッ素系加工剤+架橋剤」、「シリコン系加工剤」について吸湿性を比較すると、シリコン系は吸湿性が劣ることがわかった(図5)。これは、シリコン系の加工剤が繊維表面をコーティングしてしまうため、吸放湿性が阻害されると考えられる。一方、フッ素系は分子鎖の間に微小な隙間が存在するため水蒸気が通過でき、吸放湿性能への影響が少ないと考えられる(図6)。

綿/ポリエステル 50%/50%の生地が、初期水分率 8%と綿の公定水分率に近く、水分率平衡到達時間 20 分と最も短かったことから、綿/ポ

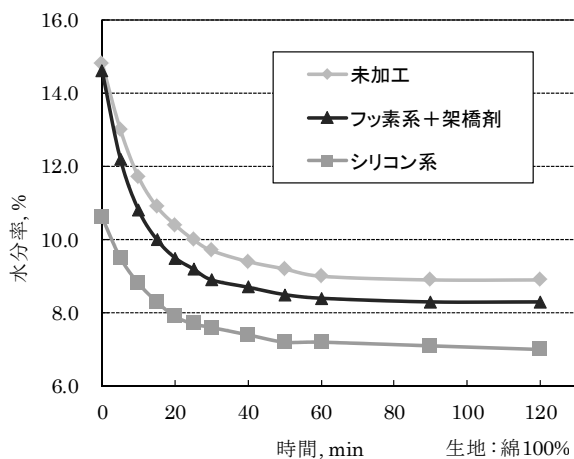


図5 吸湿性能比較

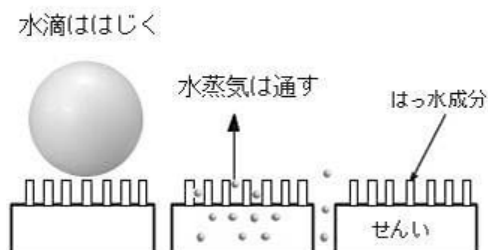


図6 フッ素系はっ水加工の透湿性

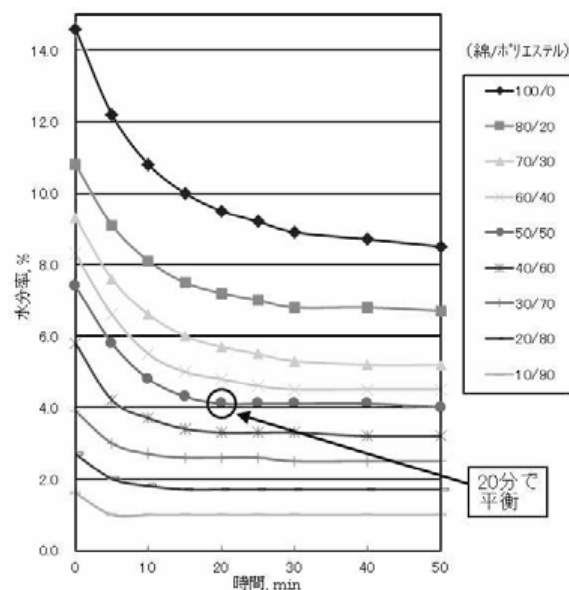


図7 吸放湿性測定結果

リエステル 50%/50%の生地が、最も吸放湿性のバランスが良いと考えられる(図7)。

3.3 伸長及び回復機能

精紡交撚糸を使用した生地は、JIS 規格の綿添付白布と比較した場合、伸び率は約 13 倍、伸張回復率は約 3.4 倍に向上し、通常紡績糸の生地と比較した場合、伸長率は約 4 倍、伸張回復率は 1.1 倍に向上した(図8)。

3.4 介護寝巻試作

試作したパジャマの前立て打ち合わせは、着やすさを目的に、ボタンの代わりにマジックテープを使用した(図9)。モニター対象者は、比較的軽度の要介護2の方を2名、重度の要介護5の方を1名とした。

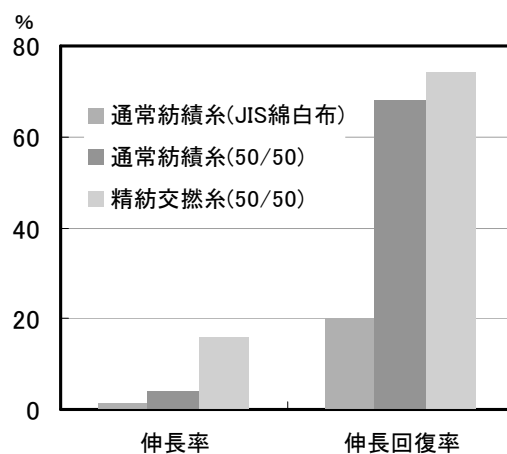


図8 伸張特性測定結果

寝巻の機能性についての感想は、はっ水については水をこぼした時にすぐに拭き取れたなど、効果が実感できたということだったが、内側からの汚れについては弾くよりも吸収できた方が良かったという意見があった。そのため、内側は吸水し、外側は水を弾くという表と裏の二層構造とし、表のみにはっ水機能を持たせる必要があると考えられる。

吸放湿性については、ムレが少なくサラッとしていたということが実感できたという人もいたが、試用期間中それほど蒸し暑くはなかったため良くわからなかったという人もいた。

伸縮性については、測定結果ほどは実感できなかったという感想であった。

4 結 言

- 1) フッ素系加工剤とイソシアネート系架橋剤を併用することにより、洗濯耐久性のあるはっ水性を得ることができた。
- 2) 綿/ポリエステル混紡糸(50%/50%)を使用した生地が吸放湿性のバランスが良いことがわかった。
- 3) 精紡交撚糸を使用することで伸張特性が改善できた。
- 4) 加工と素材を組み合わせることによって、加工だけでは改善できない吸放湿性や伸縮性、また素材だけでは改善できないはっ水性の機能を複合化し、介護寝巻に適した生地を開発することができた。
- 5) 介護寝巻を試作しモニターテストを行ったところ、はっ水性、吸放湿性については実感が得られた。

謝 辞

本研究にご協力いただいた関係者ならびに被験者の皆様に感謝申し上げます。



(a) 試作品全体



(b) 前立て打ち合わせ部

図 9 介護寝巻試作品

破碎層評価に基づく石英ガラスと高密度セラミックスの低損傷研削

江端 潔 松田 丈

Low Damage Grinding of Quartz Glass and High Density Ceramics Based on Numerical Evaluation of Grinding Defects

Kiyoshi EBATA Takeshi MATSUDA

1 緒 言

山形県にはガラスやセラミックスを加工する企業が多く、当センターには研削で生じたき裂や空隙等に関する相談が寄せられてきた。しかし、それらが残留する変質層（以下、破碎層という。）の深さを評価する技術が不足していたために、対応できないことがあった。そこで硬脆材に適した低速・高剛性の試料研磨機を新たに導入し、破碎層深さの評価技術を確立した。

また、破碎層評価技術と精密研削技術のシーズを活用し、合成石英ガラス（東ソー・クォーツ製 ES）（以下、石英ガラスという。）と高密度アルミナセラミックス（日本セラテック製 AHPF, 17.8GPaHV）（以下、高密度セラミックスという。）を小さい破碎層深さで研削することができたので、報告する。

2 破碎層の特徴と破碎層深さの評価

2.1 傾斜研磨

図1は傾斜研磨の概念図である。破碎層深さは、傾斜研磨と形状測定等を組み合わせて評価することができる。まず、15mm□より小さく切断した試験片を治具に接着し、図2の試料研磨機（マルト製ダイヤモンド Ace）の定盤上に倒立させ、2°の傾斜を保ちながら、研削痕が見えない領域が確認できるまで、研削面を水溶性ダイヤモンドスラリーでラッピングし、さらに石英ガラスは酸化セリウム水溶液で、高密度セラミックスはコロイダルシリカでポリッシングする。このような傾斜研磨は、金属の変質層観察に多用される断面研磨（試料を垂直に切断、樹脂包埋し、切断面を鏡面に研磨する手法）に比べ、硬脆試料にき裂の進展や欠けが生じにくく、さらに微小な欠陥が傾斜方向に長く拡大されて見やすくなるため、硬脆材の破碎層の観察に適している。

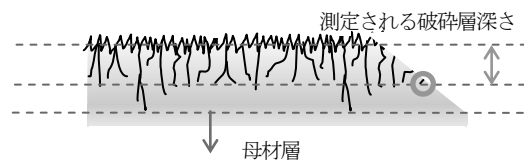


図1 傾斜研磨の概念図（石英ガラス）

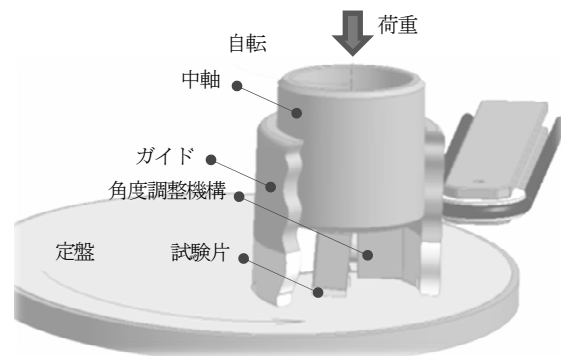


図2 試料研磨機による傾斜研磨

2.2 石英ガラス

石英ガラスの傾斜研磨面をバッファードフッ酸溶液で2分間エッチングすると、見えなかったき裂先端が顕在化する。図3はエッチングした傾斜研磨面の一例であるが、石英ガラスの破碎層の形態が、き裂が主であることがわかる。つまり、き裂深さの最大値が破碎層深さである。

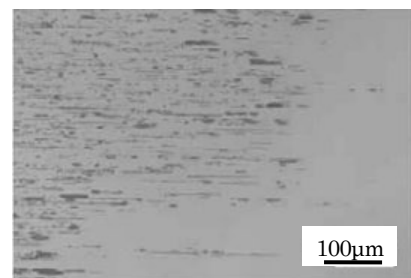


図3 エッチング後の石英ガラスの傾斜研磨面（光学像）（SD400B）

このき裂先端の位置をレーザプローブ式形状測定機（三鷹光器製 NH3-SP）上で光学像を見ながら特定し、き裂先端とポリシングされていない研削面との高低差を測定することで、破碎層深さを評価することができる。図4に測定した断面曲線の一例を示す。

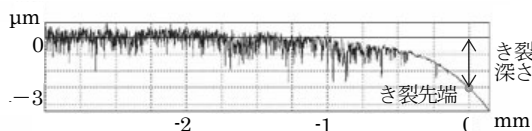


図4 石英ガラスの傾斜研磨試験片の断面曲線と破碎層深さ (SD2000B)

2.3 高密度セラミックス

高密度セラミックスの傾斜研磨試験片に、組織を見やすくする目的でサーマルエッチング（1300℃で1時間保持）を施したときの研削面と傾斜研磨面のSEM像を、それぞれ図5と図6に示す。脆性破壊した破砕片が脱落し、空隙を形成しながら研削が進んだことが推測される。石英ガラスとは異なり、エッチングを施しても、顕著なき裂は認められない。この違いの原因としては、粒界の有無が考えられる。破碎層の形態は、き裂よりも空隙が支配的である。

そこで本報では、研削による空隙が存在する深さを破碎層深さと定義する。ところが、素材が均質な石英ガラスとは異なり、セラミックスには図7のように空隙がもともとから内在するため、空隙を以下のような手順で数値化し、しきい値を定めて評価する必要がある。

まず、図8下図のように、顕微鏡（Carl Zeiss製 LSM5）で撮影した傾斜研磨面の光学像から長方形の評価範囲を抽出し、その範囲内にある空隙の総面積を評価範囲の面積で除した値（以下、空隙面積率という。）を画像解析ソフト（三谷商事製 WinROOF）（図9）によって算出する。次に評価範囲を左右にずらし、空隙面積率を算出していくことで、断面形状と空隙面積率の関係を求める。その一例を図8上図に、レーザプローブ式形状測定機で測定した断面曲線とともに示す。

図8から、破碎層深さを読み取ることができる。例えば、破碎層と母材層を分ける空隙面積率のしきい値が4%のときは、破碎層深さは2μmである。

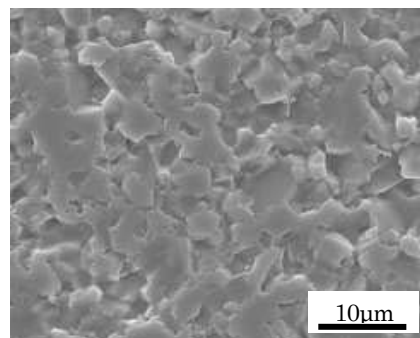


図5 高密度セラミックスの研削面 (SD2000B) (SEM 像)

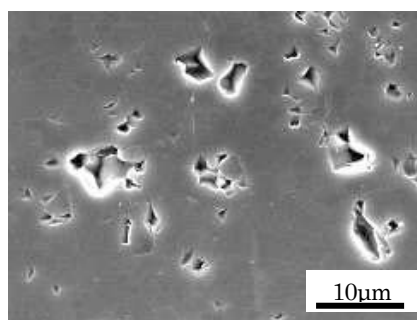


図6 高密度セラミックスの傾斜研磨面 (サーマルエッチング後) (SEM 像)

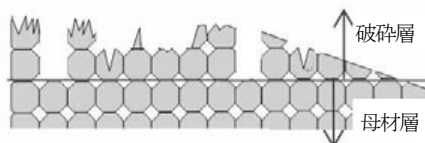


図7 傾斜研磨の概念図 (高密度セラミックス)

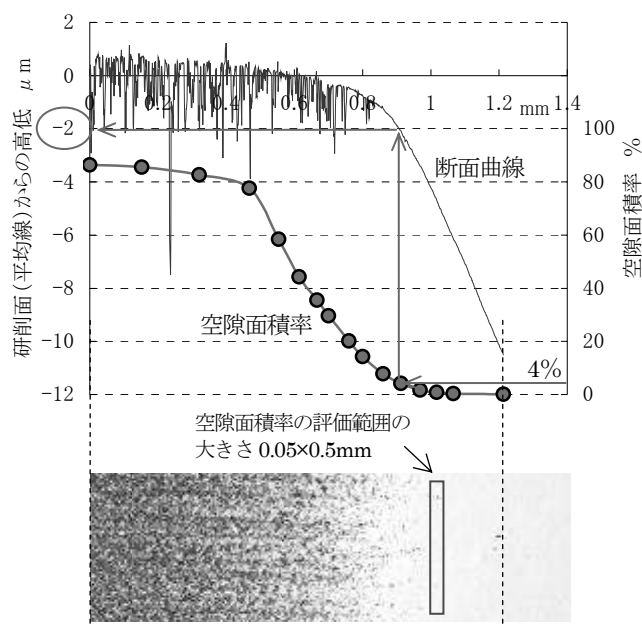


図8 傾斜研磨試験片 (SD2000B)

上図：断面形状と空隙面積率 下図：光学像

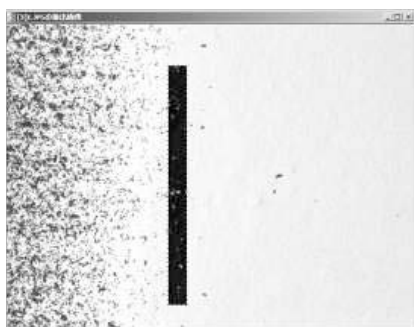


図9 画像解析ソフトによる空隙面積率の算出

3 研削加工

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製 SGU-52HP2）を用い、ダイヤモンド砥石での研削を行った。1辺 25mm の石英ガラス角板では荒加工，中仕上げ加工，仕上げ加工のすべてに，φ30mm 高密度セラミックス円板では荒加工と中仕上げ加工にレジンボンド砥石を使用した。同円板の仕上げ加工では，#4000 ビトリファイドボンド系砥石（リード製 SD4000CR）と #2000 レジンボンド砥石を比較した。

研削前には，ツルア材を平面研削する方法（以下，平面研削法という。図 10），またはカップツルア法（図 11）でツルーイング・ドレッシングを施した。

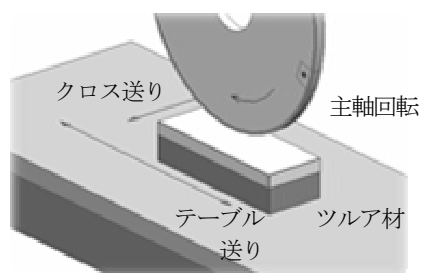


図 10 平面研削法

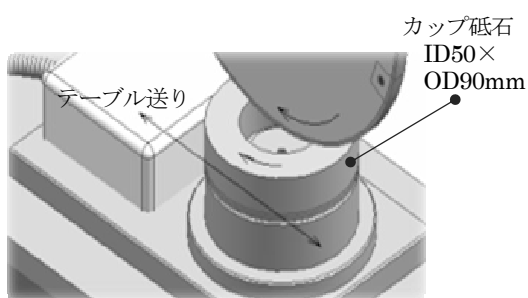


図 11 カップツルア法（リード製 RS-40P）

予備実験として，あらかじめ鏡面にラッピング・ポリッシングした高密度セラミックスを，ツルーイングとドレッシングを施した#4000 ビトリファイドボンド系砥石で平面研削し，研削面性状の変化を調べたところ，研削の継続に伴って破碎痕が減少していくことがわかった（図 12）。砥粒先端の摩滅や砥粒の脱落によって砥粒切れ刃高さが整列したためと考えられる。そこで#4000 ビトリファイドボンド系砥石については，ツルーイング・ドレッシングの後に，試料と同素材のツルア材を平面研削（以下，マイクロツルーイングという。）することにした。

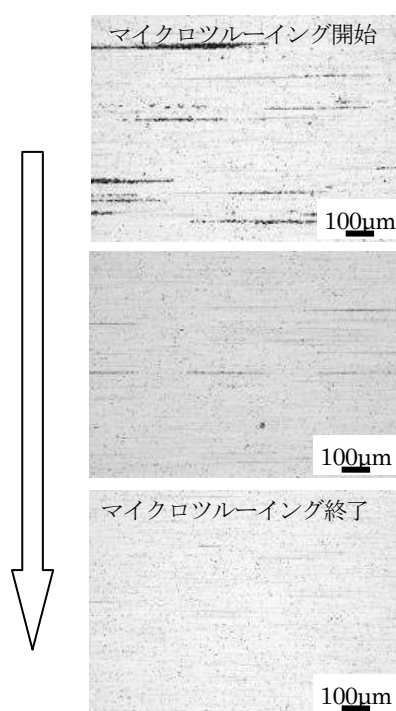


図 12 マイクロツルーイングによる高密度セラミックス研削面の変化

破碎層を浅くするには，荒加工面の破碎層を中仕上げ加工で，中仕上げ加工面の破碎層を仕上げ加工で除去しきることが望ましい。そこで前加工面の破碎層深さを調べ，中仕上げ加工と仕上げ加工の総切込み深さを設定することとした。本報では，1 試料につき 1 つの傾斜研磨面から破碎層深さを評価している。そのため，同一試料内により深い破碎層が存在する可能性がある。そこで各砥石の総切込み深さは，判定した破碎層深さの 2 倍とした（図 13，14）。

切込み深さ以外の加工条件を表 1，2 に示す。

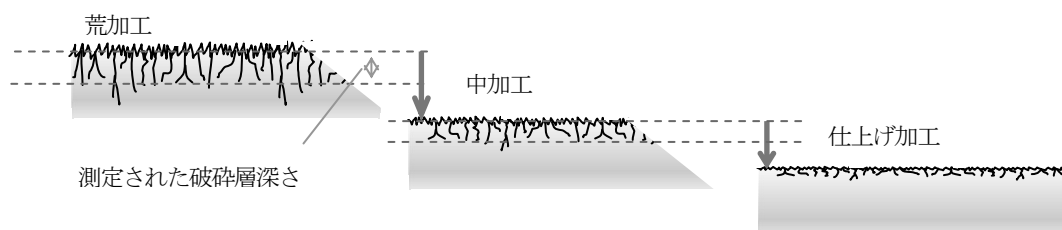


図 13 総切込み深さの概念図(石英ガラス)

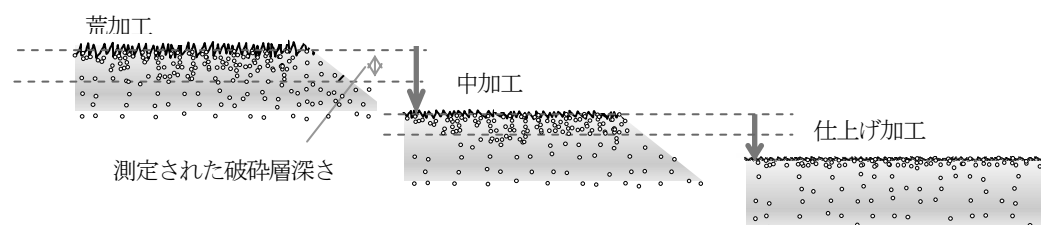


図 14 総切込み深さの概念図(高密度セラミックス)

表 1 ツルーイング・ドレッシング条件, 研削条件 (石英ガラス)

	荒加工		中仕上げ加工			仕上げ加工		
研削砥石	SD400N100B		SD1000L100B			SD2000L100B		
ツルーイング・ドレッシング法	平面研削法		カップツール法					
ツルーイング工具	SUS304		GC1000G-V			GC3000G-V		
ドレッシング工具			GC3000-B			GC5000-B		
	ツルー イング	研削 加工	ツルー イング	ドレ ッシ ング	研削 加工	ツルー イング	ドレ ッシ ング	研削 加工
研削砥石速度 m/min	750	750	630	380	750	630	380	750
テーブル送り m/min	8	5	5	2	5	5	2	5
クロス送り mm/min	40～60	20～40	—		40～60	—		40～60

表 2 ツルーイング・ドレッシング条件, 研削条件 (高密度セラミックス)

	荒加工		中仕上げ加工		仕上げ加工						
研削砥石	SD200-75B		SD800-100B		SD2000-B			SD4000CR (リード製)			
ツルーイング・ドレッシング法	平面研削法				カップツール法					平面研削法	
ツルーイング工具	ツルーイング用合金 (三栄精工製 X-POWER)				GC1000G-V			GC3000G-V		アルミナセラミックス	
ドレッシング工具					GC3000-B			GC5000G-V			
	ツルー イング	研削 加工	ツルー イング	研削 加工	ツルー イング	ドレッ シング	研削 加工	ツルー イング	ドレッ シング	マイクロ ツルーイング	研削 加工
研削砥石速度 m/min	630	750	630	750	630		750	630		500	
テーブル送り m/min	5				5	3	5	5	3	5	
クロス送り mm/min	40～60	40～80	40～60	20～60	－		20～40	－		20～40	

4 実験結果及び考察

4.1 石英ガラス

図 15 に石英ガラスの結果を示す。図中の左上に示す加工①から順に加工⑦まで、右へ加工が進んでいく。加工後の研削面の高さを横実線で表示し、その下に測定した複数のき裂深さを縦実線で表示した。#1000 砥石での累積切込み深さが荒加工面①のき裂深さより小さい加工②では、加工後も①

のき裂が残留している。このとき、き裂の進展は認められない。一方、累積切込み深さが①のき裂の 2 倍以上である加工④では、①のき裂を除去することができた。同様に#2000 砥石での累積切込み深さが、中加工面（④加工後）のき裂深さ以上である加工⑦では、④のき裂を除去し、 $1.2\mu\text{m}$ とすることができた。

比較のために、加工⑦の後に、摩耗したままの

#2000 砥石で新たな試験片を研削し、#400 砥石と#1000 砥石の影響を受けないときのき裂深さを調べたところ、加工⑦と同等の $1.2\mu\text{m}$ であった。このことから、荒加工で石英ガラスに発生したき裂深さを調べ、それ以上を中仕上げ加工の総切込み深さとし、さらに中仕上げ加工後のき裂深さ以上を仕上げ加工の総切込み深さとする事で、残留き裂を除去できることがわかった。

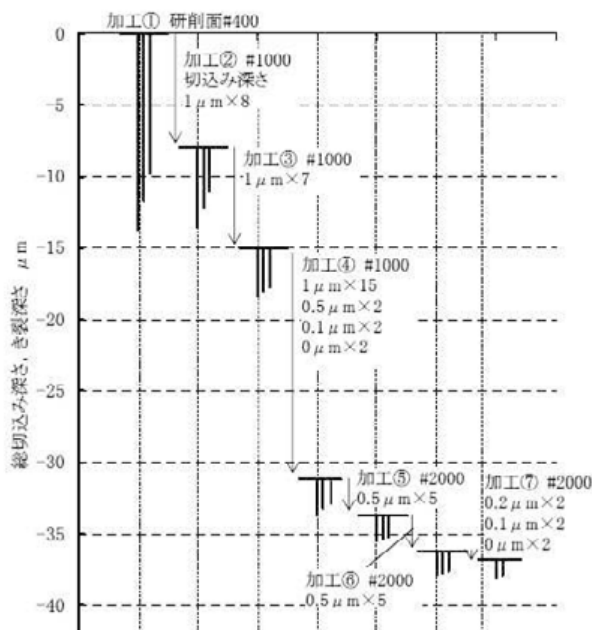


図15 加工プロセスとき裂深さ (石英ガラス)

図16に、走査型白色干渉方式顕微鏡 (Zygo 製 New View 7300) で測定した最大高さ粗さ R_z (Zygo では SR_zX と表記) の平均値とき裂深さの平均値の関係を示す。図中の番号は、図15の①～⑦に対応している。

研削面の表面粗さからき裂深さを推定できないかという質問が寄せられることがあるが、この図からその妥当性を、加工順に考察する。まず、#1000 砥石での加工面②については、#400 砥石でのき裂が残留しているため、推定には使用できない。次に#1000 砥石での加工面③については、 R_z が#400 での加工面①と同等であるにもかかわらず、き裂深さは①の約 1/4 と小さい。これは、③が連続加工であるのに対し、①では連続加工の後に切込み深さを小さくし、さらにスパークアウト仕上げを行ったため、表面粗さは向上したものの、連続加工で発生したき裂が残留していることが原因であると考えられる。このように、砥石や

加工条件、加工履歴が異なるときは、表面粗さが同じであっても、き裂深さが同じとは限らず、他の加工条件のデータをもとにき裂深さを推測することはできないことが明らかとなった。

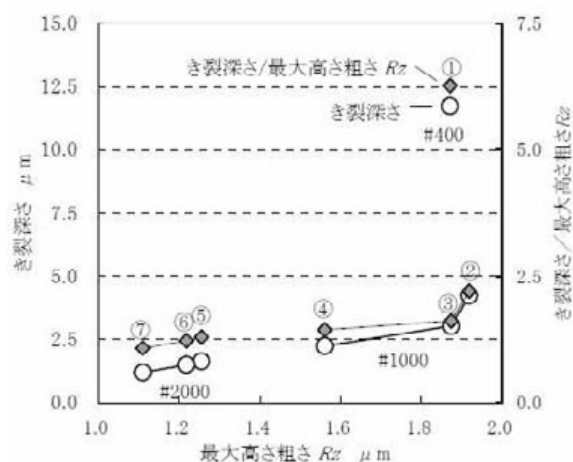


図16 表面粗さとき裂深さの関係

4.2 高密度セラミックス

2.3 で示した図8は、高密度セラミックスの荒加工面のデータである。同図から、研削面からの深さと空隙面積率の関係を図17のように求めることができる。同図には荒加工のほかにも、同様にして求めた中仕上げ加工面の空隙面積率もあわせて示したが、荒加工面、中仕上げ加工面ともに空隙面積率が約 $1.5\mu\text{m}$ までの間に大きく減少し、以降は徐々に小さくなっていることがわかる。そこで、しきい値を1%に設定し、次の#800 中仕上げ加工用砥石の総切込み深さを $5\mu\text{m}$ の2倍の $10\mu\text{m}$ に、仕上げ加工用砥石の総切込み深さを $4\mu\text{m}$ の2倍の $8\mu\text{m}$ にした。

さらに、ツルーイング・ドレッシング、マイクロツルーイングを施した#4000 ビトリファイドボンド系砥石で仕上げ加工を行ったところ、破碎層深さ (しきい値 1%) を $0.15\mu\text{m}$ にすることができた。得られた表面粗さは R_z が $0.123\mu\text{m}$ 、算術平均粗さ R_a が $0.008\mu\text{m}$ である。

図18には、このときの加工プロセスと空隙面積率の変化を示す。傾斜研磨試験片の断面曲線もあわせて示す。しきい値を1%としたとき、前加工の研削痕の2倍が総切込み深さとして適正であることがわかる。

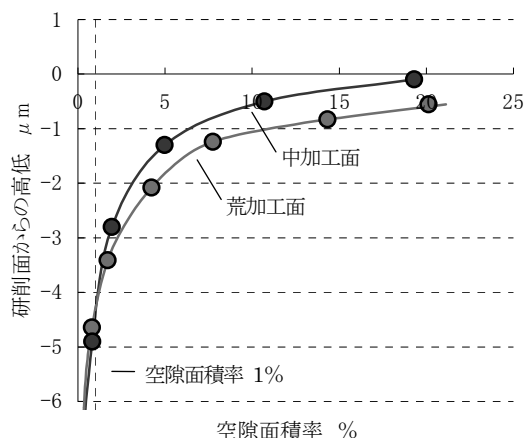


図 17 研削面からの深さと空隙面積率の関係

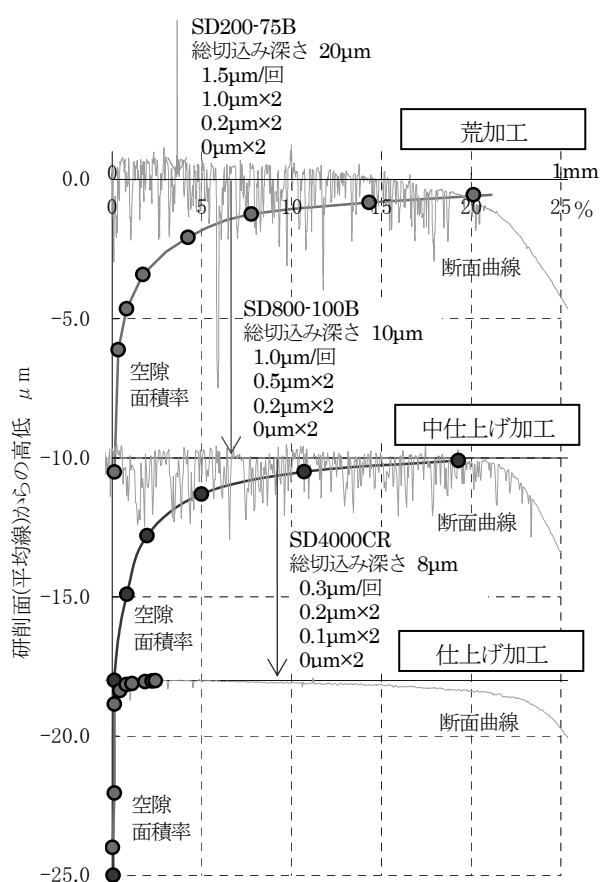


図 18 加工プロセスと空隙面積率

一方、#2000 レジンボンド砥石では、中仕上げ加工面の空隙を除去しることができなかった（図 19）。弾性砥石であるために、硬質のセラミックスに対し、十分な切込みが得られなかったと考えられる。

ところで、被削材を鏡面に研磨したときの空隙面積率は 0.02% であった。研削によって生じた空隙が完全に除去されたときは、空隙面積率がこの

値と同等になる。#4000 ビトリファイドボンド系砥石での仕上げ加工面における、しきい値 1% の破砕層深さは $1.5\mu\text{m}$ と前述したが、しきい値 0.02% のときの破砕層深さは $6\mu\text{m}$ であり、後者のほうが本研究における破砕層深さの定義に沿う。

図 18 から、この深さ $6\mu\text{m}$ の空隙は、#4000 ビトリファイドボンド系砥石によって生じたものである可能性のほかに、前加工の破砕層が残留したものである可能性も考えられる。図 20 は、被削材を鏡面に研磨したのち、荒加工と中加工を経ずに、#4000 ビトリファイドボンド系砥石でのみ研削したときの傾斜研磨試験片であるが、しきい値 0.02% の破砕層深さは $0.8\mu\text{m}$ であった。

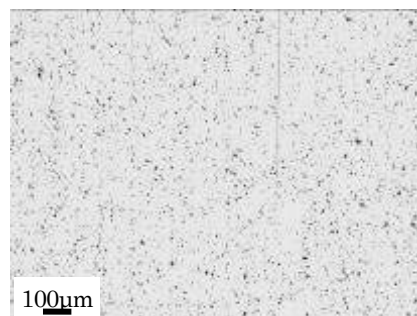


図 19 #2000 レジンボンド砥石による研削面

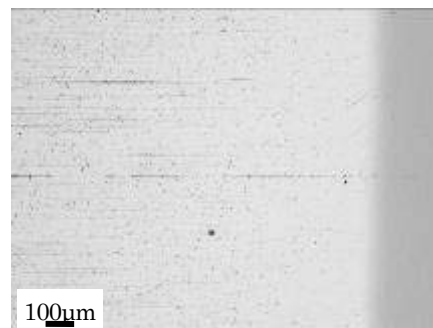


図 20 #4000 ビトリファイドボンド系砥石による研削面

5 結 言

- 1) ガラスやセラミックスの破砕層深さの評価には、傾斜研磨と形状測定等の組み合わせが有効である。
- 2) ガラスやセラミックスを複数の砥石で順次研削して仕上げていく場合、各砥石での加工を終えるごとに研削面の破砕層深さを傾斜研磨法で調べ、その 2 倍を次の砥石の総切込み深さとしていくことが、仕上げ面の破砕層深さを浅くするのに有効である。

楕円振動切削による薄肉・低剛性材料の加工技術の開発

【公益財団法人マザック財団研究助成事業】

齊藤寛史

Development in Cutting Technology of Thin Plate and Low Stiffness Material by Applying Elliptical Vibration Cutting

Hiroshi SAITO

1 背景

薄肉で低剛性な材料を加工する技術は、コネクタの狭ピッチコアピンを製造するための放電加工用電極や、航空機構造部品の軽量化等で必要とされる技術である。低剛性材料を高精度に加工するためには、切削抵抗を低減することが重要である。本研究では、切削抵抗を大幅に低減させることで知られる楕円振動切削^①を応用し、既存の技術であるエンドミル加工とは異なるアプローチで薄肉・低剛性材料の加工技術の開発に取り組む。

これまでの楕円振動切削に関する研究は、難削材の高精度切削加工や磨きレス鏡面切削加工等の分野^②で多くの研究がなされてきたが、薄肉・低剛性材料への応用例はあまり報告されていない。楕円振動切削は、条件によっては見かけ上の背分力をゼロにすることが可能であるため、低剛性材料の加工精度向上、高アスペクト化等が期待される。

本研究では、まず基礎実験としてワークに対する楕円振動装置の角度を変化させ、楕円振動方向と切削抵抗の関係を調べた。次に薄肉形状のワークで加工実験を行い、加工中の変位と加工後の形状精度について評価した。比較のためエンドミルによる加工も行った。

2 実験方法

2.1 楕円振動方向の検討

低剛性材料を高精度に加工するためには、背分力を低減することが重要である。まず基礎実験として背分力の小さい加工条件を検討するため、ワークに対する楕円振動装置の角度を変化させて実験を行った。Fig.1 に装置の写真を示す。切削方向に直線で送る平面加工を行った。加工機はナガセインテグレックス製研削盤 N2C-53US4N4 を使

用した。楕円振動装置は、切削方向に垂直な面内で回転できる治具に固定した。すなわち楕円振動によって任意の方向に切りくずを引き上げることができる。本研究では、切りくずを引き上げる方向を振動装置角度 θ として定義した。楕円振動装置は、多賀電気製 EL-50 (周波数約 40kHz, 振幅 $4\mu\text{m}_{pp}$)、工具動力計は KISTLER 製 9256C1 を使用した。

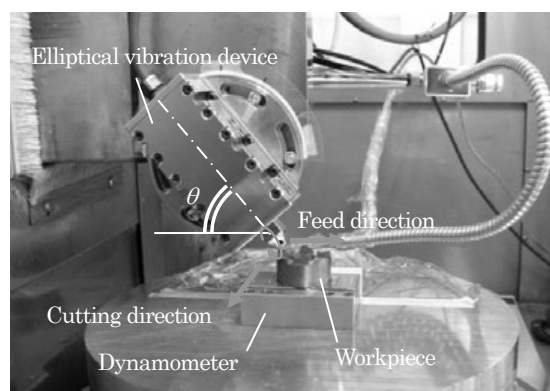


Fig.1 Photo of elliptical vibration cutting device.

Table.1 Cutting conditions.

Workpiece	Copper tungsten(Cu-W), Titanium alloy(Ti-6Al-4V)		
Tool	Material	Cemented carbide	
	Nose radius, mm	0.2, 0.4	
Cutting conditions		Cu-W	Ti-6Al-4V
	Depth of cut, μm	200	100
	Feed, μm	100	100
	Cutting speed, m/min	1	1
	Vibration device angle θ , deg.	90,80,70,60,50	90,80,70,60,50
	Cutting fluid	Air	Aerosol
Vibration conditions	Frequency, kHz	About 40	
	Amplitude, μm_{pp}	4	
	Phase shift, deg.	90(Circle)	

被削材は、放電加工用電極として使用される銅タングステン Cu-W と航空機材料等に使用されるチタン合金 Ti-6Al-4V を実験に供した。工具は KENNAMETAL 製超硬チップ TPGT1102 および TPGT1104（ノーズ半径 0.2, 0.4mm）を使用した。切込み量と送り量は、予備をもとに楕円振動の効果が適切に得られる条件として Table.1 に示す条件を選定した。振動装置角度 θ は 90° から 50° に変化させた。

2.2 薄肉加工ワークの動剛性解析

薄肉加工の実験で使用するワークの振動系パラメータを算出するため、インパクトハンマによる動剛性解析実験を行った。装置の概略図を Fig.2 に示す。入力を測定するインパクトハンマは PCB 製 086C01, ワークの振動を測定する加速度センサーは同社製 352C22 を使用した。ワークの振動は直交する 2 方向で測定すべきであるが、装置の都合上、一方向のみ測定した。試験は 5 回以上くり返し測定し伝達関数の平均化を行った。データの取り込みは National Instruments 製 USB データ収録機器（USB DAQ）NI USB-6211, 伝達関数の算出は数値解析ソフト Scilab で行った。

薄肉ワークの写真を Fig.3 に示す。材質は基礎実験と同じ銅タングステンとチタン合金である。寸法は銅タングステンが $100 \times 100 \times 1.85\text{mm}$, チタン合金が $125 \times 83 \times 2.13\text{mm}$ で、間口 125mm 深さ 45mm のバイスで固定した。したがって、バ

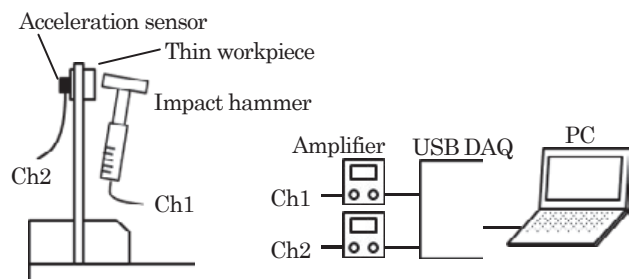


Fig.2 Schematic drawings of testing dynamic stiffness.

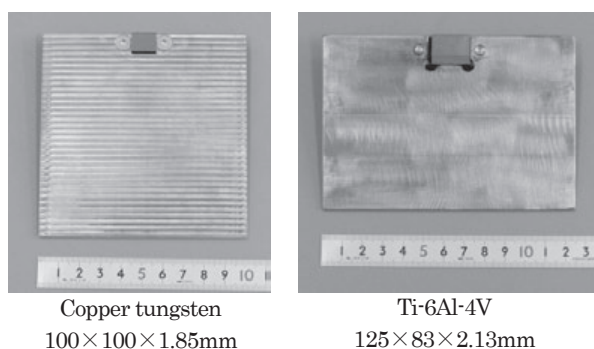


Fig.3 Photos of thin workpieces.

イスからのワークの突出し量は、銅タングステンが 55mm, チタン合金が 38mm である。

2.3 薄肉形状の加工実験

基礎実験で得られた背分力が小さい条件で薄肉ワークの加工実験を行った。実験の概略図を Fig.4 に示す。加工ワークは動剛性解析を行ったものと同一である。垂直に固定したワークを直線送りで加工した。比較のためエンドミルによる側面加工も行った。加工機は日立精機製 VM40, 工具は不二越製 4 枚刃スクエアエンドミル GSXVL4040T $\phi 4\text{mm}$ を使用した。

加工中は、ワークの変位をレーザー変位計（KEYENCE 製 LK-010）で測定した。また、加工後は非接触三次元測定装置（三鷹光器製 NH-3SP）で切削方向の断面形状を測定した。

薄肉加工における楕円振動切削の加工条件を Table.2 に示す。振動装置角度 θ は、 80° のときに背分力が最もゼロに近い結果が得られたため、この角度で加工を行った。また、レーザー変位計

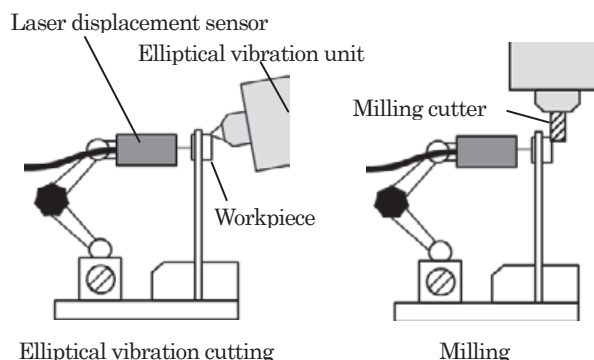


Fig.4 Experimental set-up for measuring displacement of thin workpieces under cutting.

Table.2 Cutting conditions for elliptical vibration cutting.

Tool	Nose radius,mm	0.2	
Cutting conditions		Cu-W	Ti-6Al-4V
	θ deg.	80	80
	Cutting fluid	Air	Air

Table.3 Cutting conditions for milling

Tool	Material	Coated carbide	
	Diameter, mm	4	
Cutting conditions		Cu-W	Ti-6Al-4V
	Rotation speed, min^{-1}	7950	4750
	Depth of cut, μm	200	100
	Feed, μm	100	100
	Feed rate, $\mu\text{m/tooth}$	30	30
	Cutting fluid	Air	Air

を使用する都合上、加工液はいずれのワークでもエアブローで行った。工具摩耗が懸念されるため、加工回数は最小限になるよう配慮した。その他の加工条件は Table.1 と同一である。

エンドミルの加工条件を Table.3 に示す。切込み量と送り量は楕円振動切削と同じ条件とし、回転数はワークの共振を避けるため固有振動数の整数倍とならない回転数で加工を行った。切削方向はアップカットとダウンカットで実験した。

3 実験結果

3.1 振動角度と切削抵抗

Fig.5 は銅タングステンの振動装置角度 θ と切削抵抗の関係である。Fig.5(a) はノーズ半径 0.2mm, Fig.5(b) はノーズ半径 0.4mm の結果を示す。切削抵抗の符号は、工具がワークを押す方向がプラスである。薄肉形状の加工で問題となる背分力は、ノーズ半径 0.4mm よりも 0.2mm の方が小さい傾向があり、 $\theta=80^\circ$ のとき最小値 0.06N であった。

Fig.6 はチタン合金の振動装置角度 θ と切削抵抗の関係である。銅タングステンと同様にノーズ半径 0.2mm, $\theta=80^\circ$ で背分力が最も小さい 0.01N

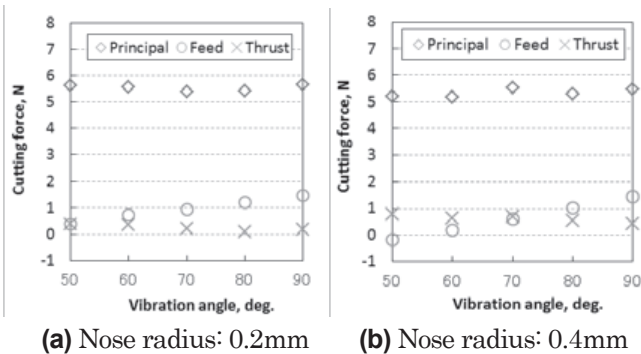


Fig.5 Measured cutting forces in elliptical vibration cutting of Cu-W.

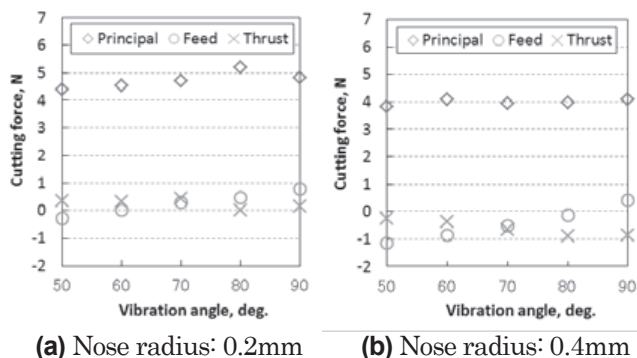


Fig.6 Measured cutting forces in elliptical vibration cutting of Ti-6Al-4V.

が得られた。ノーズ半径 0.4mm では、背分力が全てマイナス（楕円振動により工具がワークを引き寄せる方向）であった。

Fig.5, Fig.6 より振動装置角度 θ を変化させると送り分力と背分力が変化することが分かった。振動装置角度との関係を詳しく調べるため、送り分力と背分力の合力を Fig.7, Fig.8 に示す。Fig.7 が銅タングステン, Fig.8 がチタン合金の結果である。横軸は切りくず排出方向に対する振動装置角度で表した。切りくず排出方向は、Fig.9 に示すコルウェルの近似により求めた。コルウェルの近似による切りくず排出方向は、切削断面の両端を結

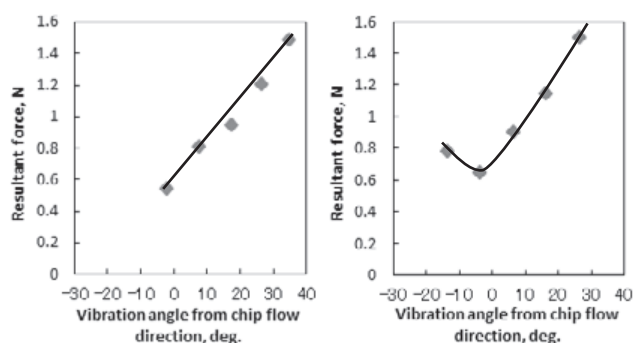


Fig.7 Resultant cutting forces(feed and thrust force) in elliptical vibration cutting of Cu-W.

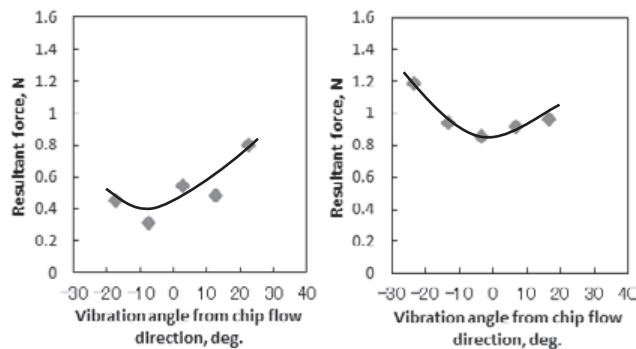


Fig.8 Resultant cutting forces(feed and thrust force) in elliptical vibration cutting of Ti-6Al-4V.

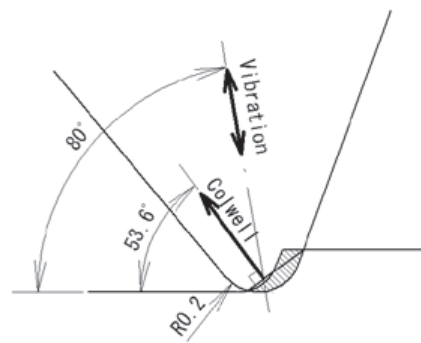


Fig.9 Schematic drawing of chip flow direction. Depth of cut=0.2mm, Pick feed=0.1mm, Nose radius=0.2mm.

ぶ直線に対する垂線として表される。

Fig.7, Fig.8 を見ると、切りくず排出方向に対する振動装置角度が0°に近いとき合力が最も小さいと言える。すなわちコルウェルの切りくず排出方向に楕円振動を与えたとき送り分力と背分力の合力が小さい。この条件では、工具寿命や形状精度の改善が期待できる。

3.2 動剛性解析結果

バイスで固定した薄肉加工ワークの伝達関数を Fig.10 に示す。Fig.10(a)銅タングステンの固有振動数は 274.2Hz, この時のコンプライアンスは 520.4 $\mu\text{m}/\text{N}$ であった。振動系の質量を m , 減衰係数を c , ばね定数を k とおくと, 固有振動数

$$= \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}}, \text{コンプライアンス} = \frac{1}{c} \sqrt{\frac{m}{k}}, \text{周波}$$

数ゼロのコンプライアンス = $\frac{1}{k}$ となる。伝達関数

の実測値から各パラメータを計算した結果, $m=4.37 \times 10^{-2} \text{kg}$, $c=1.12 \text{Ns/m}$, $k=1.30 \times 10^5 \text{N/m}$ が得られた。Fig.10(b)のチタン合金も同様に求めると, 固有振動数 634.6Hz, コンプライアンス 19.3 $\mu\text{m}/\text{N}$, $m=3.74 \times 10^{-2} \text{kg}$, $c=13.0 \text{Ns/m}$, $k=5.94 \times 10^5 \text{N/m}$ が得られた。これらのパラメータをもとに計算した伝達関数を G_{xx_sim} として Fig.10 に示す。実測値である G_{xx} とよく一致している。

ワークの共振について考えると, 楕円振動の周波数とワークの固有振動数は大きく離れており共振の心配はない。一方でエンドミル加工では回転工具の周波数がワークの固有振動数に近い値とな

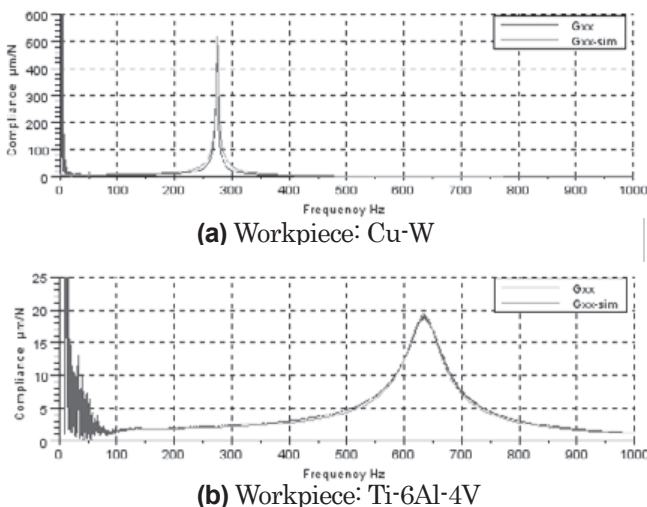


Fig.10 Transfer function of thin workpieces

る場合があるため, 共振に配慮する必要がある。

3.3 薄肉形状の加工実験結果

Fig.11 は加工中のワークの変位を測定した結果である。変位がプラスのときワークが工具に引き寄せられ, マイナスのときワークが工具に押される状態を意味する。

楕円振動切削の結果は, 銅タングステンの変位が +1.30 μm , チタン合金の変位が -0.05 μm であった。チタン合金ではゼロに近い値が得られたが, 銅タングステンではワークが工具に引き寄せられた。この理由については調査が必要であるが, 加工条件を検討し楕円振動の効果を弱めることで変位をゼロに近づけることが可能であると考え。

エンドミルの結果は, ダウンカットよりもアップカットの方が変位の絶対値が小さく, 銅タングステンの変位が -2.06 μm , チタン合金の変位が -1.82 μm であった。いずれもワークは工具に押される方向である。

Fig.12 はワーク切削方向の断面形状である。エンドミルの結果は, ダウンカットよりアップカットの形状精度が良好であったため, ここではアップカットの結果のみを示す。楕円振動切削の結果は, いずれのワークでも形状精度が 2 μm 程度と安

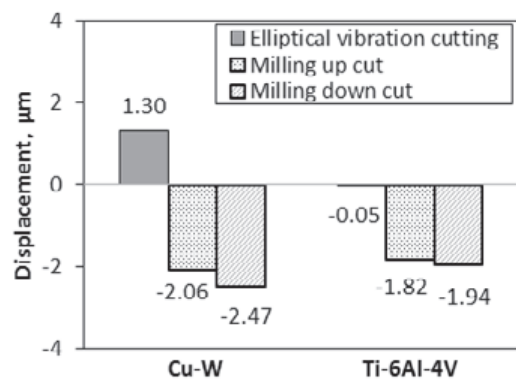


Fig.11 Displacement of thin workpieces.

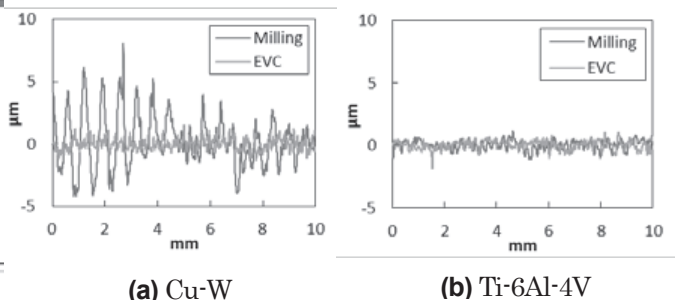


Fig.12 Surface profiles of thin workpieces. (EVC: elliptical vibration cutting)

定した結果が得られた。エンドミルで銅タングステンを加工した結果、 $10\mu\text{m}$ 程度の凹凸が生じた。チタン合金の場合は形状精度が良好で、楕円振動と同等であった。加工能率を考慮すると、楕円振動切削の送り速度はエンドミルよりも 2 倍以上速いため、楕円振動切削の方が高能率に加工可能である。

4 結 言

本研究により得られた知見を以下に示す。

- 1) 楕円振動装置角度 θ を変化させて実験した結果、送り分力と背分力が変化することが分かった。本研究では $\theta=80^\circ$ のとき薄肉形状の加工で問題となる背分力が最も小さい結果が得られた。
- 2) 切りくずが排出される方向に楕円振動を与えると、送り分力と背分力の合成が小さくなることが分かった。
- 3) 薄肉ワークの加工実験の結果、背分力がゼロに近い条件では、加工中のワークの変位がほぼゼロの状態に加工可能であることが確認された。
- 4) 薄肉ワークの加工では、エンドミル加工よりも楕円振動切削の方が高精度に加工できることが分かった。銅タングステンの実験では、形状誤差が $1/5$ 程度まで小さい結果が得られた。

謝 辞

本研究は公益財団法人 マザック財団の助成を得て行われた。ここに記し、謝意を表す。

文 献

- 1) 社本英二，森本祥之，森脇俊道：精密工学会誌，62，8(1996)1127.
- 2) 社本英二，鈴木教和：砥粒加工学会誌，54，11(2010)636.

生産現場での適用を優先したセンサデータ収集システムの開発と実証

【平成 23～24 年度県単独事業 生産現場における品質向上のためのセンサデータ収集・活用事業】

境修 大沼広昭 松木和久 一刀弘真 中村修 近尚之

Development of Factory Used Sensor Data Aggregation System

Osamu SAKAI Hiroaki OHNUMA Kazuhisa MATSUKI Hiromasa ITTOH
Osamu NAKAMURA Naoyuki KON

1 緒 言

工場などの生産活動に伴い、日常的に膨大なデータが発生しているが、コストの削減や品質管理に役立つにもかかわらず簡便に収集・蓄積する手段がなかった。工業技術センターでは簡単に計測したいというニーズに応じるために、汎用的なセンサを現場に設置してセンサデータを収集するシステムを開発し、実際にデータ収集を行った。

2 センサデータ収集システムの開発

2.1 センサ動向

生産活動に関する物理量をコンピュータで処理するためには、なんらかの方法で取扱いが容易な数値に変換する必要がある。近年、これら物理量を計測するセンサは、高性能端末に大量に使われるようになり、民生用として急速に小型化、低価格化が進んでいる。AD コンバータを内蔵したデジタル出力センサも、種類が豊富で入手が容易になってきた。

2.2 システムの機能要件の定義と設計

これらの背景を説明し、永続的ではなく短期間のセンサデータ収集について、生産現場をもつ山形県内の企業約 10 社に対しニーズ調査を行った。主な結果を以下にまとめる。

- ・可視化への興味はあるが、結果としての効果が不明でありコストをかけられない。
- ・一時的な測定で、有意なデータが得られたらうれしいし、その後の対応も検討できる。
- ・生産活動に大きな影響なく測定したい。
- ・データ処理を既存の表計算アプリで行いたい。
- ・データ収集だけではなく、グラフがほしい。

これらのニーズに対応すべく、システムとしてほしい機能要件を表 1 のとおり定め、これを

ベースに図 1 に示す開発システム構成を設定した。

また、システム開発にあたり、すでに活用されており、設計情報がインターネットなどで公開されているオープンソースの要素技術を組み合わせることとした。オープンソースの採用は、企業の現場担当技術者が、同様のシステムの構築を希望したときに、再現性やセンサ追加などさらなる応用が容易にできるからである。システム開発の構成要素となる 5 つの要件それぞれで、それを実現するいくつかの候補を試行して、その結果からシステムの開発には表 2 のパーツを利用することとした。これは、定めた機能要件を実現するのに最適と思われる、なおかつシステムの開発やその後の応用などが容易になると判断したからである。以下、選定したハードウェアとソフトウェアについて、詳細をそれぞれ述べる。

表 1 システムに求めた機能要件

1	取り外し可能な、簡便に使えるシステム
2	汎用マイコンボードを利用し、最新の各種デジタル出力センサに対応
3	用途に応じ 4 種のセンサデータ回線に対応
4	データ収集およびリアルタイムのグラフ表示
5	CSV 分割、データエクスポート機能

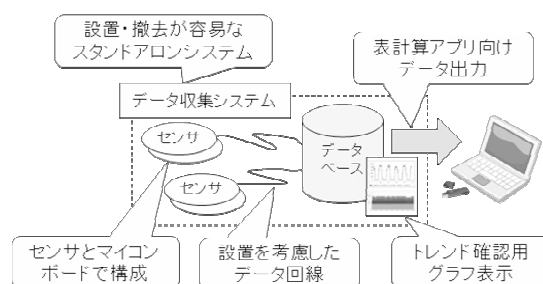


図 1 開発システムの概要

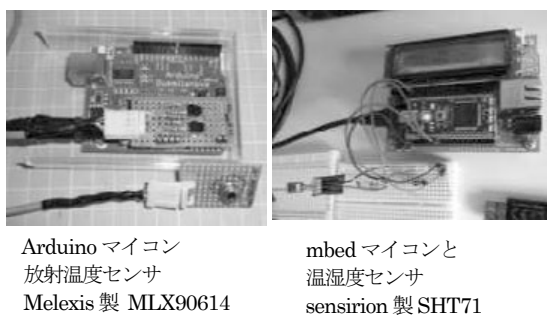
表2 選定・活用した既存技術・パーツ

センサ	現場利用を想定し、簡便に使える 5 物理量[温度、湿度、音、振動(加速度)、光]のセンサ
小型ワンチップマイコンボード	デジタル出力センサ対応、ソフト開発効率、処理性能の観点から Arduino と mbed の 2 種
センサデータ回線	有線[USB シリアル, イーサネット]、無線[Wi-Fi, ZigBee]
可視化	RRDTools を利用、任意のセンサを選び、最短 1 秒間隔のリアルタイムグラフ化
データ収集	RDB に比べて、高速動作するキーバリュ型 DB である TokyoCabinet

2.3 ハードウェア構成

ハードウェアは、センサとそれを接続したマイコンなどを組み合わせた「センサノード」と、計測したセンサデータを収集・簡易可視化処理を行う「データベースサーバ」で構成した。この両者の間はセンサデータ回線で結ぶ。

センサは、前述のとおり工場の現場利用を想定した 5 物理量を選定したが、デジタル出力センサでも、通信プロトコルが I²C(Inter-Integrated Circuit), SPI(Serial Peripheral Interface)など様々なインターフェース規格がある。マイコンの採用は、これら多様なデジタル出力のセンサへの対応が容易に可能なためである。選定したマイコンボードは、Arduino と mbed の 2 種とした。前者は 8bitCPU で性能は高くないが初心者でもソフトウェア開発が容易にでき、後者はより性能が高い 32bitCPU を搭載しているなど、それぞれ特徴があり、用途に応じて選択可能である。図 2 でデジタル出力センサを接続し、動作検証を行っている時の様子を示す。



Arduino マイコン
放射温度センサ
Melexis 製 MLX90614

mbed マイコンと
温湿度センサ
sensirion 製 SHT71

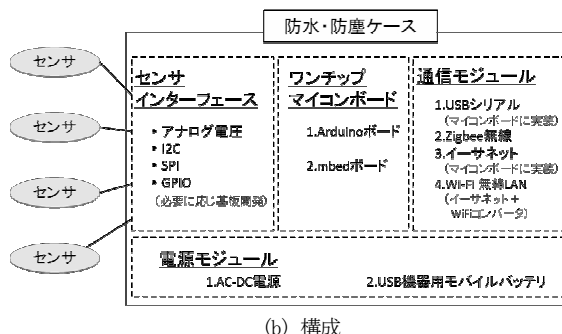
図2 採用したマイコンボードと
センサの接続試験

マイコンボードは、図 3 で示すように電源やデータ回線用の通信モジュールとともに(株)タカチ電機工業製の防水・防塵ボックス BCAP151509T に格納して小型センサノードを構成した。ケースへの格納は、工場のオイルミスト雰囲気などでの使用環境を考慮したものである。

簡単な密閉性の試験として、バッテリー駆動によるデータ送信中に 5 分間の耐水試験(板橋理化工業(株)製 耐水試験機 MHS-4 型を使用)を行い、動作の異常や、ケース内部への水の浸入がないことを目視で確認した。



(a) 外観



(b) 構成

図3 開発したセンサノード

構築したシステムでは、1 つのセンサノードにセンサを最大 4 つ接続し、mbed マイコンボードではそれぞれ 1 秒当たり 1500 サンプルングが可能である。今回の開発システムでは、このセンサノードを 5 台まで収容可能とした。

センサデータ回線としては、有線と無線を採用し、それぞれで高速と低速タイプを選べるようにした。これにより測定現場の環境や、データのサンプルング速度に応じた対応が可能となる。

データベースサーバのハードウェアは汎用パソコンで、これにサーバ用 Linux である CentOS 5.2 をインストールした。

2.4 ソフトウェア

センサからの出力は、そのメーカー、機種ごとに形式が異なるため、センサノードのマイコンで統一した形式に変換してデータベースサーバに送信した。データ形式は、シンプルであることを優先して、①事前設定したセンサ番号、②センサノード時刻、③測定したセンサデータ、④データ通し番号、の合計4項目を一単位として、印字可能文字で通信することとした。このうち④データ通し番号は、センサデータの欠落を確認する目的である。この単位を低速回線(USBシリアルと Zigbee)では、改行コードをセパレータとし、高速回線(イーサネット、Wi-Fi)では UDP の1パケットとして扱った。

そのデータを受信するデータベースサーバでは、目的に応じた2種類のデータベースソフトウェアを用いた。1つはデータ保管用のデータベースとして、高速動作が特徴の TokyoCabinet であり、他方はグラフ化ライブラリ RRDTools によるデータベースである。センサノードからのデータをこれらに受け渡すため「受信プログラム」を作成し、稼働させた。受信プログラムは、4種のセンサデータ回線から入ってくるすべてのデータを2つのデータベースに収集する。このほか、通常は測定箇所やサンプリング速度、センサ名称などのメタ情報を事前にサーバに設定させるシステムが多い。しかし、このシステムの目的が短期間の一時的な測定であることから、現場での設定をなくし、あえてメモ書きで対応し、簡便性を向上させた。

データベースの1つにグラフ化専用のライブラリを採用したことから、複雑なアプリケーションを開発することなく、データ収集状況の確認と計測値のトレンドを見ることができる。付加機能として複数のセンサを選択し、1つのグラフにリアルタイムに表示可能とした。これにより現場で簡単にセンサ同士のデータ比較をすることができる。

収集したデータの処理については、表計算ソフトで行いたいというニーズに対応するために、汎用の CSV 形式でエクスポートする機能を実装した。エクスポートでは任意の時間帯とセンサを選択できるほか、加えて1ファイルのデータ数の上限を指定できるようにした。この機能は、古いバージョンの表計算ソフトでは一度に扱えるデータ数(行数)の上限が約65,000であり、これを超えると扱いが困難という声に応えたものである。エクスポート対象が、指定の行数を超過する場合は、複数の CSV ファイルに分割した上で、サーバ内で zip ファイルに1本化してダウンロードされるようにした。これにより多数のデータファイルをダウンロードする労力からユーザを解放することができる。グラフ表示も含め、これらはユーザインターフェースとしてブラウザを使うことで、デバイス依存性をなくしている。

これまで述べた結果を基に、最終的に開発したシステムは、図4で示す構成とした。

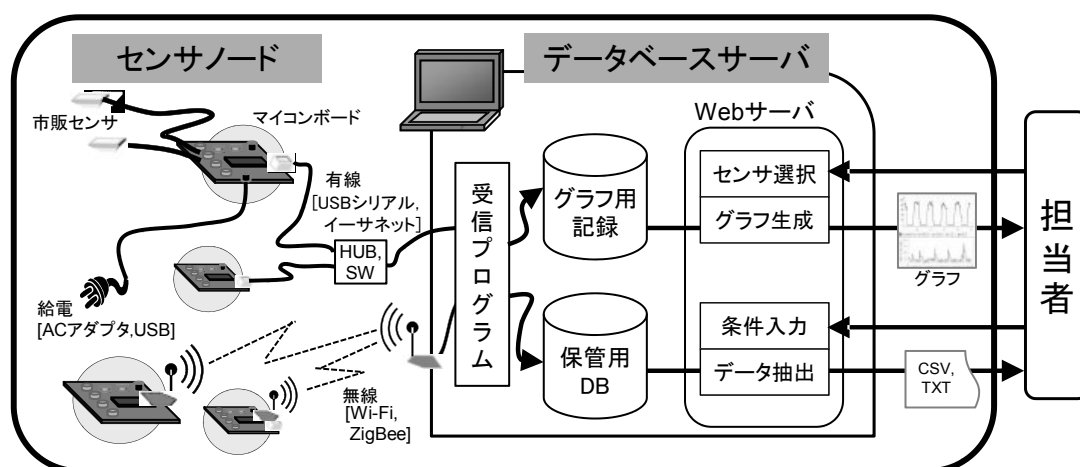


図4 開発したシステム

表3 生産現場での実証試験

内容	測定・データ収集内容	分かったこと
製造品質への影響が懸念される環境変動の測定	(A 社) 温度センサ (TI 社 LM35DZ) と湿度センサ (TDK 製 CHS-GGS) で 5 ヶ所測定、約 2 週間	作業者の入退室で湿度変化大きい。エアコンの運転方法と、除湿機の配置による影響を把握。
	(B 社) 温湿度センサ (sensirion 製 SHT71) で 3 ヶ所測定、約 10 日間	社内管理規定内であることを再確認。
工具摩耗の事前予兆についての検討 (切削加工)	(C 社) 熱電対 (K 型) 5 ヶ所、放射温度センサ (Melexis ML90614) 3 軸加速度 (Freescale MMA7361LC)、扉開閉 (Keyence FS-N11N)、各 1 箇所他に、ビデオ 2 点 品質異常発生まで約 180 個加工	工具寿命に近づくと、加工物の温度上昇および加工中の火花の発生傾向を把握。

3 生産現場での適用

表3は山形県内の製造業3社にて、構築システムと既存の測定機器なども使ってデータ収集の実証試験を行った結果を示したものである。収集したデータの可視化（グラフ化）や、簡単な分析を行うだけで、生産現場の環境など状況モニタに役立つことが分かった。

生産現場では、測定機器を後付けし容易に撤去できることが、製造過程への影響を最小限にするため重要である。今回の実証試験においては、最もスムーズに測定できたB社では、図5に示すように小型のセンサノードを壁面などに弱粘性テープで固定し、商用電源（100V）への接続のみで設置することができた。測定箇所はそれぞれ10m程度離れていたが、事前確認によりデータ回線にWi-Fi利用が可能だったことから、測定開始当日は配線も不要で実質的に電源投入と、データ収集ができていたかの確認だけで現場作業が終了した。

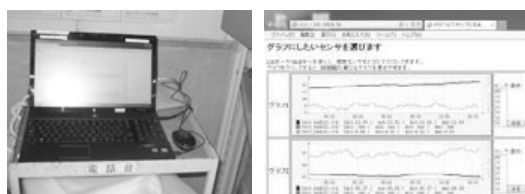
4 結 言

低分解能の民生用センサを活用した、設置や利用が簡便なデータ収集システムを試作し、生産現場を持つ企業3社での実証を行ったところ、その有意性が確認できた。簡易な測定にも関わらず、収集したデータから環境変動の要因がわかるなど、測定データの「見える化」だけでも、現場レベルでのカイゼン運動につながった。これをきっかけに、社内でマイコンを使った測定を始めるなどの効果もあった。

課題としては、大量のデータの処理方法や、既存データと整合性を取りながら一元管理する手法が必要であり、また無線を利用する場合、データの欠落に対し測定の目的に応じた対応を検討する必要がある。



(a) センサノード設置



(b) データベースサーバとグラフ化

図5 生産現場での実証試験風景

高機能めっき皮膜を用いた信頼性の高い電子基板の実用化

【東経連事業化センターFS 助成事業】

三井俊明 田中弥公夫*

Development of Electroless Ni-P Plating for High Reliable Printed Circuit Board

Toshiaki MITSUI Yakobu TANAKA*

1 緒 言

2006 年 7 月より欧州 RoHS 指令の適用が始まり、Pb、Hg などの 6 物質について電気・電子機器への使用が制限されている。このため、プリント基板と部品の接合については、これまで使用されてきた Sn-Pb 共晶はんだが使用できず、Sn-Ag-Cu 系を中心とした鉛フリーはんだへの代替が急速に進んできている。

鉛フリーはんだに対応したプリント基板の表面処理には、従来から高密度実装用に採用されていた無電解 Ni-P/置換 Au が多く使用されている。しかし、鉛フリーはんだは一般に共晶はんだと比較して融点が高くぬれ性が劣るなどの欠点をもち、さらに、無電解 Ni-P/置換 Au との接合界面においては、脆い金属間化合物層や高濃度リン層が形成されるため力学的特性に劣ることが問題となっている^{1)~3)}。

我々はこれまでの研究で、通常の中リン濃度（7～8%）の Ni-P 皮膜の上に、低リン濃度（1～2%）の Ni-P 皮膜を成膜することにより、鉛フリーはんだとの接合強度等が向上することを報告した⁴⁾。本研究ではこの 2 層めっきの実用化の可能性を明らかにするため、より実際の表面実装プロセスに近い条件で実験を行った。また、置換 Au の代替めっきや 2 層めっきの管理方法について合わせて検討した。

2 実験方法

2.1 複数回リフロー時の性能の評価

前報では⁴⁾、接合信頼性を評価する条件として、実際の製造プロセスより長時間のリフロー加熱試験を実施した。本研究では、より通常に近い複数回のリフロー加熱により接合信頼性を評価した。

2 層 Ni-P めっきの成膜条件を表 1 に示す。被めっき試料には、φ0.5mm の銅パッドがパターンニ

ングされたガラス布エポキシ樹脂積層板（FR-4）を用いた。所定の厚さの無電解中リン Ni-P めっき後に水洗し、引き続き無電解低リン Ni-P を成膜した。比較のため、中リンめっきのみと低リンめっきのみの試料も作製した。いずれも最表面を置換 Au めっきした。

次に各めっきを施した基板について、以下の条件で鉛フリーはんだとの接合実験を行った。はんだには千住金属工業（株）製のソルダーボール M705（φ0.6mm, Sn-3Ag-0.5Cu）を用い、低残渣タイプ（RMA）フラックス（ホーザン（株）製、H-722）を塗布した後、パッド上にソルダーボールを設置した。小型リフロー炉（CIF 社製、FT05）を用いて、150℃の予備加熱の後に 240℃でリフロー時間が約 1 分となるようなプロファイルで、最大 3 回の加熱を繰り返した。リフロー炉内は窒素雰囲気とした。

接合信頼性の評価にはボンドテスター（DAGE 社製 シリーズ 4000）による常温式バンププル試験を採用した。テストスピード 300μm/s で 15 回ずつ試験し、破断に至った時のモードを「界面破断」と「はんだ部破断」に分類し³⁾、最大の強度を測定した。

2.2 最適低リンめっき膜厚の検討

低リン Ni-P めっきは内部応力が高いことや、めっき浴の安定性が劣ることから、最小限での成

表 1 2 層 Ni-P めっき条件

	めっき条件
中リン Ni-P めっき	奥野製薬工業（株）製 ICPニコロン GM（NP） 80℃、リン濃度 7±1wt%、7 μm
低リン Ni-P めっき	奥野製薬工業（株）製 トップニコロン LPH-LF 90℃、リン濃度 1～2wt%、2 μm
置換 Au めっき	日本高純度化学（株）製 IM-GOLD CN 70℃、20～30nm

膜が望まれる。そこで、2 層めっきに最も有効である低リンめっきの膜厚を検討した。2.1 で用いた $2\mu\text{m}$ を標準条件とし、 $0.4\mu\text{m}$ 、 $1.2\mu\text{m}$ 、 $3.2\mu\text{m}$ について成膜し、ボンドテスターで評価した。

2.3 置換 Au の代替めっきの検討

近年の貴金属相場の上昇により、コスト削減のために Au の代替が求められている。そこで Au と同様に表面の酸化防止とぬれ性向上が期待される Ag に着目し、置換 Ag めっき液（大和化成工業製、ダインシルバー-EL-3S）を用いて 2 層 Ni-P めっき上に置換めっきして評価した。

3 実験結果および考察

3.1 複数回リフロー時の性能の評価

図 1 に 3 回リフローを繰り返したときの界面破断率(a)と平均接合強度(b)の変化を示す。破壊モードは「はんだ部破断」と「界面破断」に大別することができ、「界面破断」の数を測定総数で割った値を「界面破断率」とした。「界面破断」ははんだ強度よりもはんだとめっきの接合強度が弱いことを示しており、不良モードとされている³⁾。(a)に示すように、何れのめっき条件でも、1 回目のリフロー後では接合界面破断率が 2 割以下と低かった。しかし、リフロー回数が増えるに従い、中リンめっき、低リンめっきのみでは界面破断率が上昇し、3 回のリフローでは半数以上となった。一方、2 層めっきでは 3 回のリフロー後も界面破断が起こらず、高い改善効果のあることが確認された。また、(b)に示す平均接合強度についても他の条件ではリフロー回数と共に低下したが、2 層めっきでは高い値を維持していた。

各条件についてめっきとはんだとの接合界面の断面試料を作製し、電子プローブマイクロアナライザー（EPMA、日本電子製 JXA-8800L）を用いて分析した。3 回のリフロー加熱後のリン濃度分布を図 2 に示す。通常の中リン濃度の Ni-P めっ

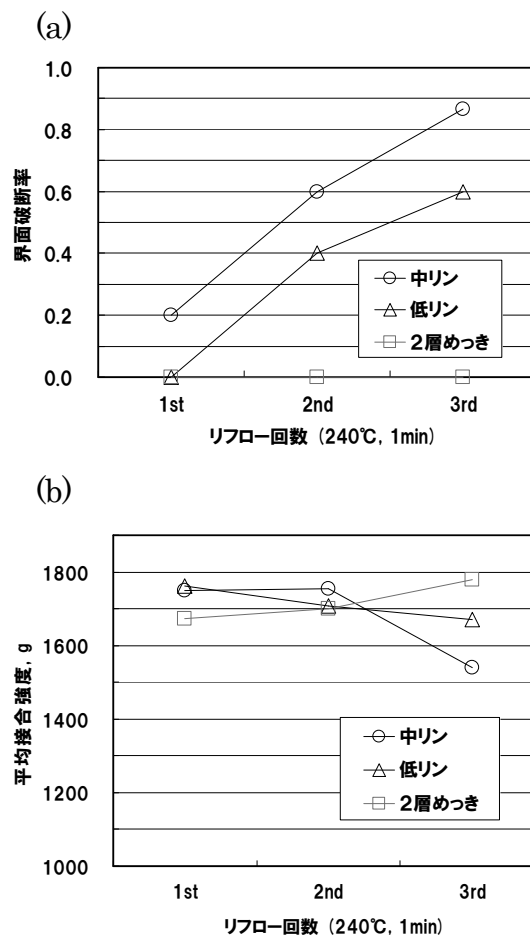


図 1 複数回リフロー時の(a)界面破断率と (b)平均接合強度

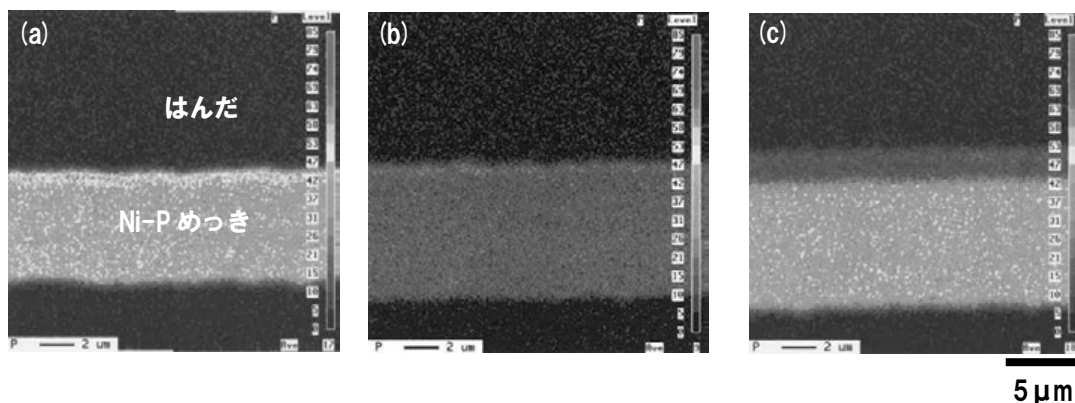


図2 各種めっき皮膜のはんだ接合界面でのリン濃度分布（リフロー3回後、EPMA 15kV P $\text{K}\alpha$ ）

(a) 中リンめっき, (b) 低リンめっき, (c) 2層めっき

き(a)では界面にリンが濃化していることが確認され、このことが界面破断率の上昇につながったと考えられる。一方、低リンめっき(b)や2層めっき(c)では、めっき表面のリン濃度が低いために3回のリフロー加熱後でも、界面でのリンの濃化が僅かであることが確認された。

3.2 最適低リンめっき膜厚の検討

2層Ni-Pめっきの低リンめっき膜厚を変化させたときの界面破断率を図3に示す。中リンめっきのみの場合と比較して何れの条件でも界面破断率の上昇を抑制することが確認された。最も良い結果が得られたのは標準条件とした $2\mu\text{m}$ のときであったが、 $0.4\mu\text{m}$ （めっき時間1分相当）の最も薄い条件でも界面破断率は低下することが判った。

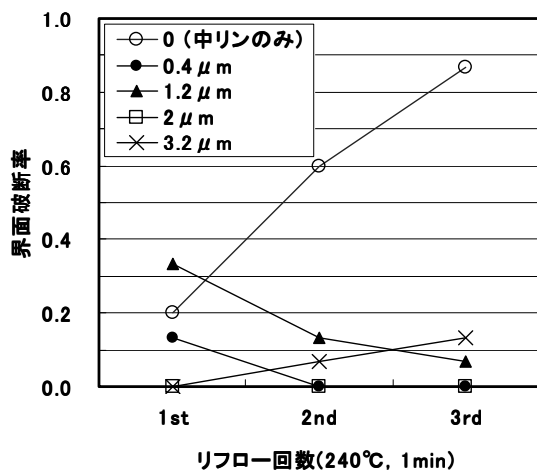


図3 2層めっきの低リンめっき膜厚が界面破断率に及ぼす影響
（中リンめっき膜厚： $7\mu\text{m}$ ）

3.3 置換Auの代替めっきの検討

無電解Ni-Pめっきの表面に施される置換Auめっきは表面の酸化を防止し、はんだのぬれ性を向上させる重要な役割をもっている。この置換Auに代わるものの一つとして、置換Agめっきが提案されている。そこでこの置換Agめっきについて2層めっきに適用し、実用化の可能性を検討した。

Ni-P上にいくつかの条件で置換Agめっきし、鉛フリーはんだと接合後、常温式バンププル試験で評価した結果を図4に示す。条件1,2ではメーカー提示の基本条件（ 40°C ）でそれぞれ5分、1分成膜したが、いずれの条件でも界面破断率が5割を超える結果となった。光電子分光分析装置（XPS）による深さ方向分析の結果から、このAg

めっき膜厚はそれぞれ 350nm および 65nm とやや厚く、また、AgとNi-Pの界面に酸素とリンが濃化していることが確認された。そこで、より薄くめっきするため、室温で90秒成膜したところ、 25nm の膜厚が得られた。

Agの膜厚が薄い場合には、加熱時にAg表面の酸化が顕著となり、はんだのぬれ性が劣ることが予想される。確認のため2種類のフラックスを用いてAgめっき上での溶剤ボールのぬれ広がりについて評価した。図5に示すように、塩素フリータイプのフラックス（ホーザン(株)製、H-728）を用いたときに、はんだボールがより広くぬれ広がることが確認できた。

以上の条件で評価を行ったところ、図4、条件3に示すように、2層めっきで界面破断率を約3割に低減することができた。

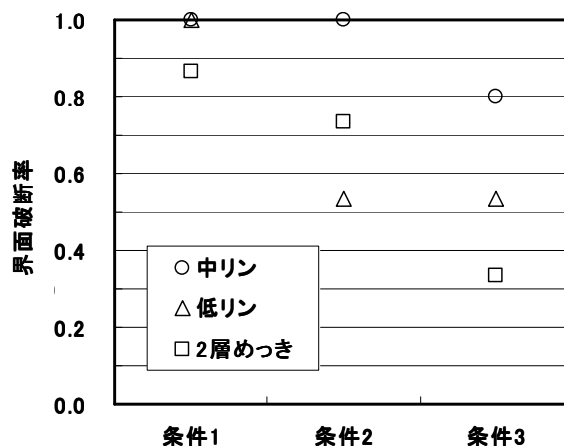


図4 置換Agめっきの評価結果（リフロー1回）
条件1：Ag 350nm , H-722 使用
条件2：Ag 65nm , H-722 使用
条件3：Ag 25nm , H-728 使用

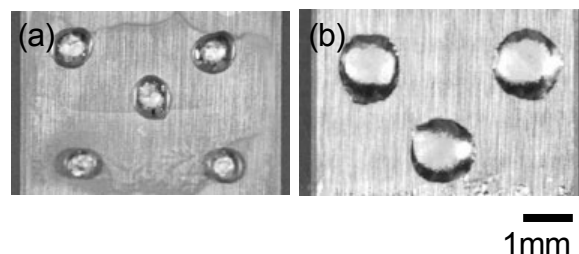


図5 置換Agめっき(25nm)上での溶剤ボールのぬれ広がり（リフロー1回）
フラックス：(a) H-722, (b) H-728

4 管理項目の検討

現在用いられている中リンのNi-Pめっきに替えて、2層Ni-Pめっきを製造ラインに導入する

場合、新たな管理方法が必要となる。そこで、必要とされる項目について検討した。

4.1 めっき槽の管理方法

低リン Ni-P めっき液は pH が中性領域であり、厳しい管理が求められる。液濃度管理は自動分析補給装置による補給液や pH の調整、定期的な不純物を含む液分析が必要となる。また、対象物を途中で乾燥させることは厳禁であるので、中リンタイプの Ni-P めっき後に水洗を行い、直ちに低リンタイプの Ni-P めっき処理を行う必要がある。

4.2 めっき膜厚、組成の管理方法

通常、めっき膜厚、組成の管理は主に蛍光 X 線装置を用いて非破壊で行われるが、Ni と P の比のみが異なる 2 層の Ni-P 皮膜には適用が難しい。そこで、破壊検査ではあるが、コスト、時間からグロー放電発光分光分析 (GD-OES) が最も適していると考えられ、確認のため予備測定を実施した。

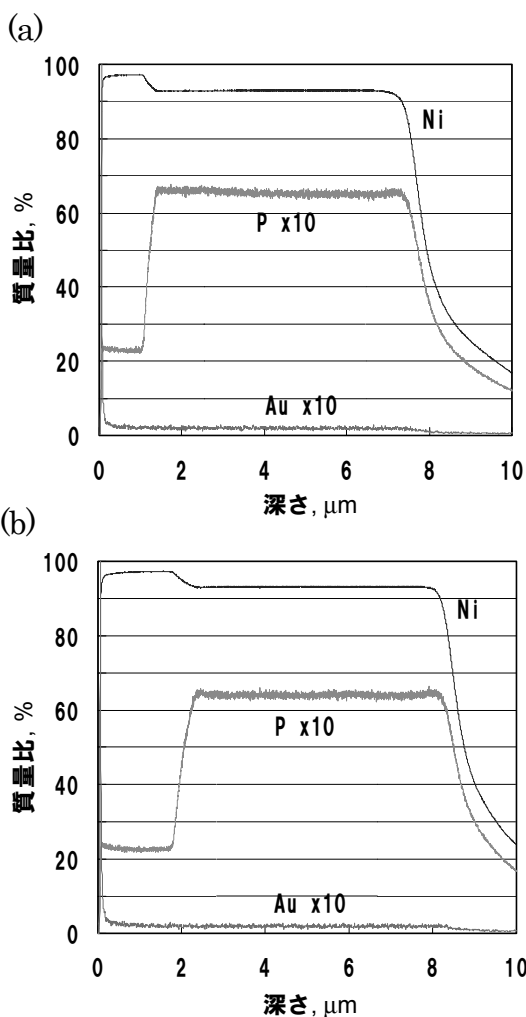


図6 2層めっきのグロー放電発光分光分析結果
低リンめっき厚 (a):1.2μm, (b):2.0μm

図6に示すとおり、低リンめっきの膜厚が異なる2水準の試料に対して、その膜厚と組成を正確に測定することができ、2層めっきの管理に有効であることが確認できた。

5 結 言

鉛フリーはんだを用いた電子基板への2層Ni-Pめっきの実用化を目指し、以下のことを明らかにした。

- 1) 実際の製造プロセスに近い複数回のリフロー実験で、中リン/低リンの2層めっきにより界面破断率の上昇と接合強度の低下が抑制された。
- 2) 2層めっきの低リンめっき膜厚は2μmが最も良い結果を示したが、0.4μmでも、複数回リフロー時の界面破断率の上昇が抑制された。
- 3) 置換Auの代替として置換Agめっきを検討し、膜厚とフラックスを選択することで、2層めっきでの界面破断率を3割以下にすることができた。
- 4) 現場で必要な管理項目について検討し、GD-OESが膜厚、膜組成管理に有効であることを確認した。

文 献

- 1) 平森ら：エレクトロニクス実装学会誌, No.6 (2003) 503.
- 2) Y. Chonan et al.: Mater. Trans., JIM, 43 (2002) 1840.
- 3) 長谷川ら：表面技術, No.9 (2006) 616.
- 4) 三井：山形県工業技術センター第71回研究・成果発表会講演要旨集, (2008) 14.

モヘア糸の改質加工と紅花染め製品への応用

【平成 24 年度若手チャレンジ研究事業】

平田充弘 渡邊健 向俊弘

Modification of Mohair by Cationization and Dyeing with Pigments of Safflower and Tannic Acid

Mitsuhiro HIRATA Takeshi WATANABE Toshihiro MUKAI

1 緒 言

アンゴラ山羊のヘアーとして知られるモヘアは、南アフリカが最大の産毛国であり、全世界の産毛量は約 1000 万 kg とされる。モヘアのコルテックス(皮質組織)は、ウールと同様、酸性コルテックスと塩基性コルテックスのバイラテラル構造から成る¹⁾。また、キューティクル(表皮組織)も、ウールと同様、疎水性キューティクルと親水性キューティクルがバイメタル的に結合されてできている。しかし、モヘアはウールに比べコルテックスが平行に配列し、表皮のうろこ状のスケールも発達していないため、クリンプが少なくフェルト化もしにくい特徴がある。一般に、モヘアの風合いは、夏用紳士服に適するとされる²⁾。また、ニットでは、集束性が低いことから意匠糸として利用することが多かったが、近年は工夫によって細番手糸の紡績も可能となっている。

最近、筆者らはハロヒドリン基をもつ第 4 級アンモニウム塩によるウールのカチオン化改質加工に取り組み、常温域での一浴吸尽による濃色紅花染めを達成している³⁾。これまで、紅花染めは主に絹織物へ利用されていたが、獣毛への適応によってニット分野への利用が期待されている。一方、紅花染めニット製品の応用にあたっては、日光や汗など染色堅ろう度の向上が課題となっている。こうした中、天然染料による染色堅ろう度の向上の取組みとしては、柿渋などポリフェノールを用いた方法が知られている⁴⁾。このような染色仕上は、環境への負荷が低いことから、エコロジーな加工として期待されている。そこで、平成 24 年度若手チャレンジ研究事業では、モヘア糸のカチオン化改質加工条件の適正化、タンニン酸後処理による染色堅ろう度の向上について検討したので報告を行う。

2 実験方法

2.1 供試材

紡績糸は佐藤繊維(株)製 2/40CAPE(モヘア 100%)を用いた。カチオン化剤は一方社油脂工業(株)製カチオノン KCN を用いた。タンニン酸は富士化学工業(株)製タンニン酸 A 精を用いた。

2.2 改質・染色・後処理方法

改質および染色試験は既報³⁾に従い行った。改質試験は、総糸 2 g、浴比 1 : 60 にて、染色機に Mathis 製 Labomat BFA-8 を用いて行った。染色試験は、ビーカーにて総糸 3 g、浴比 1 : 60 で行った。タンニン酸後処理は、ビーカーにて編地 4g、浴比 1 : 50、40 °C にて 40 分間、浸漬して行った。

2.3 評価方法

染色糸の表面染色濃度(*K/S*)は、X-Rite 製 SP88 を用い、520 nm の分光反射率から求めた。染色糸の引張強さは、(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 を用い、JIS L 1095 定速伸長法により求めた。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。モヘアの遊離アミノ酸量は、既報⁵⁾に従い前処理を行った後、誘導体化(EZ:faast)した試料をアジレントテクノロジー(株)製 7890A によるガスクロマトグラフィー分析で求めた。タンニン酸後処理による紅花染めモヘアの固着効果は、JIS L 0848 で定める酸性およびアルカリ性人工汗液を用い、浴比 1 : 50 にて 30 分浸漬後、水溶液の 520 nm の吸光度を標準カルタミンで作成した検量線から溶出量を算出することで評価した。

3 実験結果および考察

3.1 モヘア糸のカチオン化改質試験

2/40CAPE のカチオン化改質加工は、カチオン

化剤を 150 g/L 加え、加工液の pH を 8 から 13 まで変え 80 °C にて 40 分間行った。改質糸の引張強さは、加工液の pH が 10 以上で pH の増加に伴い低下した(図 1)。これに対し、紅花染め後の改質糸の表面染色濃度(K/S)_{520nm}は、加工液の pH が 10 以上で pH の増加に伴い上昇した。この結果は、ウールの改質試験結果³⁾と類似しており、ハロヒドリン基をもつ第 4 級アンモニウム塩による獣毛のカチオン化改質加工は、一定の繊維損傷度を伴って濃色化が達成されることがわかる。繊維損傷度を最小限に留めることを考慮すると、改質加工の pH 範囲は 10.5 から 11.5 までは適正と考えられる。また、損傷具合は電子顕微鏡による繊維側面の観察でも確認できる。モヘアの原毛は、ウールに比べ先端の突出が小さいものの、スケールが確認できる(図 2 a)。加工液を pH 10.7 にして改質したモヘアの側面は、一部剥離が認められるがスケールは保持されており(図 2 b)、上述の改質加工の pH 適正範囲を支持している。一方、加工液を pH 13.0 にして改質したモヘアの側面は、スケールの剥離が進んでいるほか、内部収縮による皺の発生も確認できることから、損傷がコルテックス域に達していると考えられる(図 2 c)。

筆者らは前報³⁾で、エピクロロヒドリンを反応させた羊毛の遊離アミノ酸分析⁶⁾から、羊毛のカチオン化反応機構が主にチロシン部位で起きていると推察した。本報ではこれを確かめるため、前処理によって加水分解したカチオン化改質モヘアのアミノ酸を誘導体化し、ガスクロマトグラフィー分析を行った。特に、カチオン化剤のエポキシ基は、極性アミノ酸と反応が想定されることから、改質前後のモヘアの遊離アミノ酸量の変化を調べた(表 1, 図 3)。坂本らは、各ピークをアミノ酸とエピクロロヒドリンが付加したアミノ酸に分離し、質量分析によって確認しているが、本報では各ピークに単体と付加体が含まれていると考え、総量の変化から考察した。改質前後において、遊離アミノ酸のリジンやセリシン量はほとんど変化しなかった。一方、遊離アミノ酸のチロシンとヒスチジン量は原毛に比べ改質モヘアの方が多かった。ヒスチジン側鎖のイミダゾイル基は水素受容体であり、エポキシ基への付加反応は起こりにくいと考えられることから、先述のウールの推察と同様、カチオン化剤とモヘアの反応もチロシン部位と優先的に起きていると考えられる。また、遊離アミ

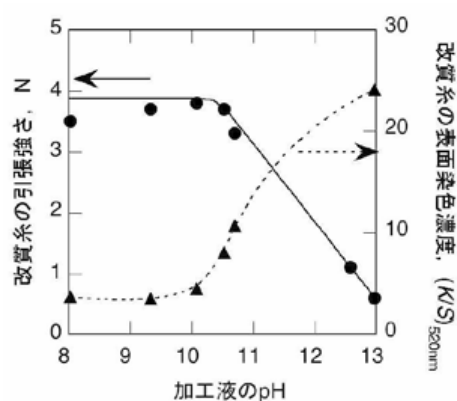


図 1 加工液の pH に対する改質糸の引張強さ(N)と表面染色濃度(K/S)_{520nm} の関係 (● 引張強さ, ▲ 表面染色濃度)

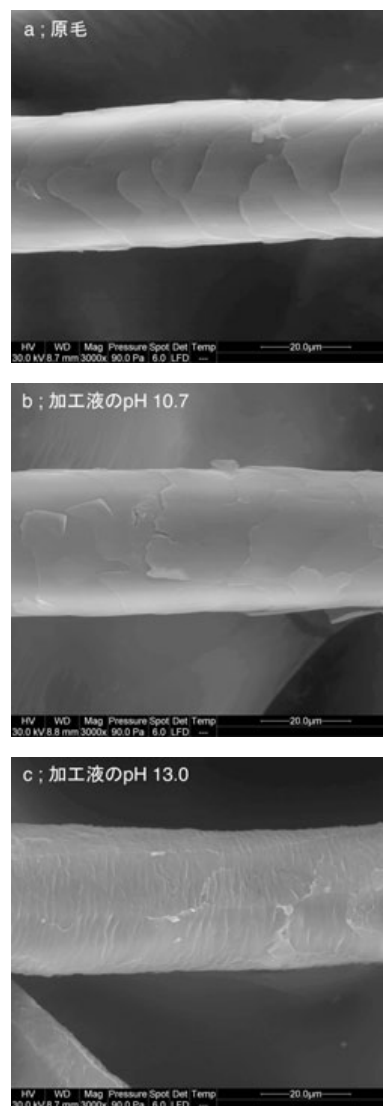


図2 カチオン化改質モヘアの電子顕微鏡写真 (a; 原毛, b; 加工液の pH 10.7, c; 加工液の pH 13.0)

表 1 カチオン化改質モヘアの遊離アミノ酸量 ($\mu\text{mol/g}$)^a

試料	リジン	ヒスチジン	システイン	チロシン	セリン
改質モヘア ^b	617	771	192	102	811
モヘア(原毛)	644	508	351	57	805

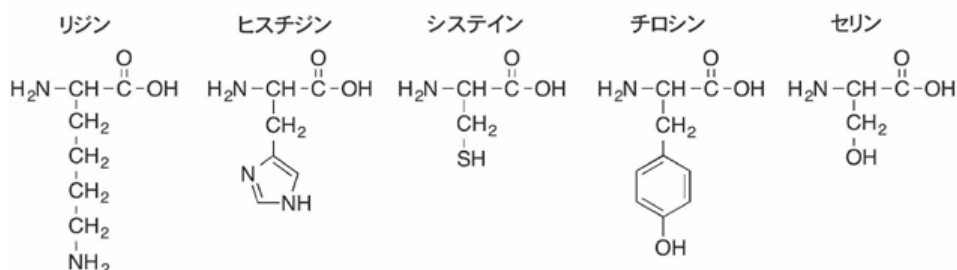
^a GC 分析条件：注入量 2 μL , He 流量 1.5 mL/一定, 110 から 320 $^{\circ}\text{C}$ まで 32 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$ にて昇温.^b カチオン化改質条件：カチオン化剤 150 g/L, pH 10.7, 80 $^{\circ}\text{C}$, 40 分.

図 3 極性アミノ酸の構造

ノ酸のシステイン量は、原毛に比べ改質モヘアの方が少なかった。これについては、アルカリ溶液によってジスルフィド結合が分解したことが原因として挙げられる。例えば、ウールを芒硝溶液中、水酸化ナトリウムで処理するとジスルフィド結合が β 脱離反応によって脱硫し、アルデヒドが生成することが報告されている⁷⁾。

3.2 紅花染めモヘアのタンニン酸後処理

紅花の赤色色素は、配糖体カルコン 2 量体であるカルタミンが主成分である。カルタミンの分子量は 911 であり、例えばアントシアニン系のシアニジンが 287 であるのと比べるとかなり大きい。その特異的な構造により、金属錯体の水溶液は pH によって吸収波長が変わることが知られている⁸⁾。カルタミン塩の溶解性は pH によって変わり、抽出はアルカリ性で、染色は酸性で行うように、アルカリ性の汗液に対する染色堅ろう度は一般に低いとされている。これまで、紅花染めの染色堅ろう度向上の取り組みとしては、綿、麻、絹などへタンニン酸を前処理してから紅花染めを行う方法が知られている⁹⁾。一方、筆者らはカチオン化ウールを紅花の赤色色素で染色後、タンニン酸が主成分であるゴバイシで後処理を行うと、汗、摩擦、ドライクリーニングに対する染色堅ろう度が向上することを確認している¹⁰⁾。このカチオン化改質したウールを紅花の赤色色素による染色前後でゴバイシ処理を行うと、前処理の $(K/S)_{520\text{nm}}$ が 1.57、後処理の $(K/S)_{520\text{nm}}$ が 3.63 であった。さらに、JIS L 0848 汗に対する染色堅ろう度試験方法のアル

カリ性人工汗液浸漬後の綿への汚染は、前処理が 2 級、後処理が 4-5 級であった。これらのことから、タンニン酸の方がカルタミンよりカチオン基である第 4 級アンモニウム塩と親和性が高いことが考えられる。本報告では、タンニン酸で後処理した紅花染め改質モヘアの汗液に対する固着効果について検討を行った(図 4, 図 5)。カルタミン溶出量は、酸性人工汗液ではタンニン酸濃度に変わらず一定であったのに対し、アルカリ性人工汗液ではタンニン酸濃度が 10 g/L 以上で減少を示した。また、試験生地浸漬前後の色差は、酸性およびアルカリ性人工汗液のいずれにおいても、タンニン酸濃度 5 g/L 以上で一定となり、タンニン酸後処理によって一定の固着効果が得られることが認められた。これまで、タンニン酸後処理については、酸性染料あるいは直接染料で染色されたナイロンへ吐酒石と併用して用いると、高い固着効果が発揮されることが知られている¹¹⁾。このタンニン酸後処理したナイロンは、繊維断面の複屈折度が外側から内側に向かって減少しており、タンニン酸がスキン表面に集中的に吸着されていることが確認されている。そのため、染料とタンニン酸の静電的相互作用によって、繊維中に染料を封じ込める効果が発揮されていると考えられている。本報告においても、カルタミンが直接染料にやや近い挙動をとることから、同様の効果が発揮されているものと考えている。

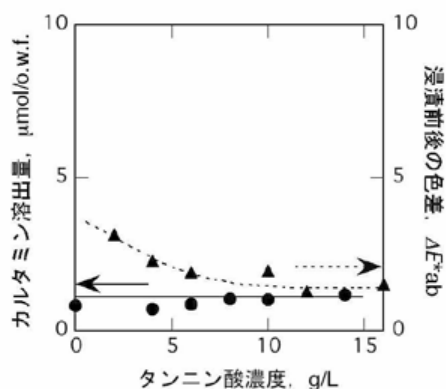


図4 タンニン酸で後処理した紅花染め改質モヘアの酸性人工汗液に対する固着効果 (● カルタミン溶出量, ▲ 浸漬前後の色差)

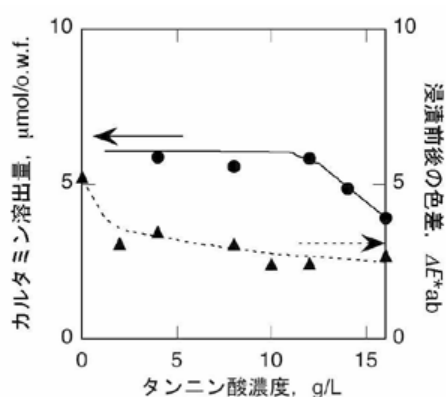


図5 タンニン酸で後処理した紅花染め改質モヘアのアルカリ性人工汗液に対する固着効果 (● カルタミン溶出量, ▲ 浸漬前後の色差)

* o.w.f. : on the weight of fiber (g)

4 結 言

モヘア糸のカチオン化改質加工条件の適正化, タンニン酸後処理による染色堅ろう度の向上効果について検討した結果, 以下の知見が得られた。

- 1) カチオン化改質加工には, 一定の繊維損傷度を伴う。それを最小限度に留めるには pH は 10.5 から 11.5 が適正範囲である。
- 2) タンニン酸後処理は, 酸性およびアルカリ性人工汗液に対する固着効果の検討から, タンニン酸の適正濃度は 10 g/L である。

謝 辞

本事業を進めるにあたり, 試作品の作成等においては, 佐藤繊維㈱より協力を頂きました。ここに謝意を表します。

文 献

- 1) 梅原亮 : SEN-I GAKKAISHI 44(1979) P-155.
- 2) 丹羽雅子 : SEN-I GAKKAISHI 46(1990)P-245.
- 3) 平田充弘, 小関隆博, 渡邊健 : 山形県工業技術センター報告, No.23(2012)11.
- 4) 特開 2010-270429.
- 5) Y. Tanaka, H. Shiozaki : SEN-I GAKKAISHI 38(1982)T-491.
- 6) 坂本宗仙, 小原奈津子, 若林宗宏, 西本信, 中山文孝 : SEN-I GAKKAISHI 40(1984)T-113.
- 7) 野田栄造, 浅井弘義 : 繊維加工, 49(1997)101.
- 8) J-B. Kim, Y-S. Paik, : Arch. Pharm. Res. 20(1997)643.
- 9) 特開平 5-311582.
- 10) 平田充弘, 渡邊健 : 日本繊維機械学会年次大会研究発表論文集 65(2012)132.
- 11) 小笠原信次, 黒岡秀次, 小泉誠, 黒岩茂隆 : SEN-I GAKKAISHI 38(1982)T-224.

「山形酒 104 号」の醸造特性について

工藤晋平 村岡義之 石垣浩佳 小関敏彦*

Brewing Properties of "Yamagatasake 104 "

Shinpei KUDO Yoshiyuki MURAOKA Hiroyoshi ISHIGAKI Toshihiko KOSEKI*

1 はじめに

西日本で広く栽培されている「山田錦」は、全国で最高峰に位置する酒造好適米であり、本県を含む日本各地の清酒製造企業で多くの大吟醸酒、純米大吟醸酒が製造されている。近年「山田錦」は、地球温暖化に伴う高温障害の影響から品質の不安定化が問題視されている。本県の地理的条件では、「山田錦」は晩生品種のため栽培が難しい品種となっている。そのため、以前より「山田錦」と同等以上の酒質を表現できる酒米の開発が求められていた。

水田農業試験場で開発された酒造好適米「山形酒 104 号」は、「出羽の里」を母に「蔵の華」を父に人工交配を行い、選抜・育成した品種である(図 1)。水田農業試験場で作成した「山形酒 104 号」の特性概要を表 1 に示す。

対照として、大吟醸酒に使用されている県産酒造好適米の「出羽燦々」を用いた。出穂期、成熟期は「出羽燦々」と同程度で、稈長は「出羽燦々」よりも短い。収量性は高く、玄米千粒重も大きく、また、耐倒伏性も優れている。さらに心白の発現も良く、低タンパク性も併せもった酒造好適米である。大吟醸酒用の高精白に適した酒造原料米であり、「山形酒 104 号」の母である「出羽の里」が表現していたクリアな味わいを持つ大吟醸酒、純米大吟醸酒の商品化が期待された。

本報告では、過去 3 年間に実施した「山形酒 104 号」の原料米分析ならびに、大吟醸酒の試験醸造結果について報告する。

2 実験方法

2.1 原料米分析

原料米分析は酒造用原料米全国統一分析法により行った。また、70%精白米について木崎他の方法¹⁾に従い、プロテインボディ (PB-II/PB-I 比)

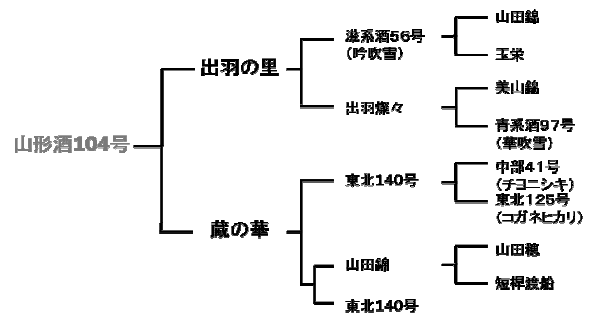


図 1 「山形酒 104 号」の系譜図

表 1 「山形酒 104 号」の特性概要

区分 品種系統名 交配組合せ	配布系統 山形酒104号 庄酒2560,出羽の里／蔵の華	対象品種 出羽燦々
調査年次	2005～2012年	
出穂期(月・日)	8.04 (±0日) *1	8.04
成熟期(月・日)	9.15 (±0日)	9.15
稈長(cm)	77.1 (94%)	81.7
穂長(cm)	19.7 (105%)	18.9
穂数(本/㎡)	423 (125%)	338
玄米重(kg/a)		
標肥	58.7 (108%)	54.1
多肥	63.7 (105%)	60.5
千粒重(g)	26.8 (104%)	25.8
倒伏(0～4)	0.2	0.4
品質(1～9)	4.2	4.6
葉いもち(強～弱)	やや弱	中
穂いもち(極強～弱)	やや強	やや強
真性	<i>Pia</i>	<i>Pia</i>
白葉枯病(強～弱)	やや強	やや強
耐冷性(極強～極弱)	中	強
穂発芽性(難～易)	やや難	やや難
心白発現率(%)	70.1	66.4
心白率(%)	43.9	44.8
玄米タンパク(%)	6.8	7.0
碎米率(%) 精米60%	11.6	9.6
長所	良質、多収、低タンパク	

*1: 0 の数値はそれぞれ出羽燦々との差を示す。

*工業戦略技術振興課

を測定した。「山形酒 104 号」の分析サンプルは、水田農業試験場および大江町で試験栽培されたものを、対象の「山田錦」は兵庫県産を用いた。

2.2 試験醸造

平成 22, 23 年の大吟醸酒の試験醸造は総米 120kg で行い、平成 24 年は総米 600kg で実施した。精米は当センターの縦型精米機（新中野製 NF-26 10 俵張）で、初発の回転数を 420rpm、最高品温が 32℃以下になるよう回転数を調整した。製麹は蓋麹法で行った。総米 120kg の試験醸造では種麹に「オリゼ山形」（秋田今野製）を用い、総米 600kg の試験醸造では種麹に「黒判（吟醸用）」（ビオック製）を用い、製麹試験を行った。酒母は速醸酒母とした。

仕込配合は表 2-1, 2-2 の通りである。

もろみは、最高品温を約 13℃で発酵を管理し、製成酒の一般成分は国税庁所定分析法注解に基づき分析した。また、香气成分はガスクロマトグラフ（アジレント社製）を用いたヘッドスペース法により分析を行った。

表 2-1 総米 120kg の仕込配合

	酒母	初添	仲添	留添	合計
総米(kg)	8	20	36	56	120
蒸米(kg)	5	14	29	47	95
麹米(kg)	3	6	7	9	25
汲水(ℓ)	9	20	46	93	168

表 2-2 総米 600kg の仕込配合

	酒母	初添	仲添	留添	合計
総米(kg)	36	100	180	280	600
蒸米(kg)	24	70	146	235	475
麹米(kg)	12	30	38	45	125
汲水(ℓ)	43	100	230	467	840

3 実験結果

3.1 「山形酒 104 号」の原料米分析

3 年間の原料米分析結果を表 3 に示す。

過去 3 年間は県内各地が高温障害に見舞われ、他の品種においては千粒重が小さくなるなどの影響が見られた。「山形酒 104 号」も高温障害の影響を受け、消化性（Brix）の値が低く米が溶けにくい年が続いた。しかし、千粒重は 25g 以上を維持しており、大粒米の性質は変わらないことが確認できた。また、タンパク質含有量（粗タンパク）は「山田錦」並と低い値を示した。年度により大きく値が変わった碎米率については、今後の試験データを基に原料米特性の把握を行いたい。なお、平成 24 年度からは一般耕作者の圃場でも試験栽培が行われ、その結果、水田農業試験場と差が少ない良好な酒米が得られた。

表 4 に PB・II/PB・I の値の推移を示す。

原料米タンパク質の多くは PB・I, PB・II により構成されている。PB・II は酵素作用を受けやすく、発酵時のもろみ中ではアミノ酸に分解される。つまり PB・II/PB・I の値が高いとアミノ酸まで分解されやすいタンパク質が多く濃醇な味になりやすい。一方、値が低いとアミノ酸が少なく淡麗な味になりやすい傾向がある。二つの品種と比較すると、平成 22 年度は「出羽燦々」が高くなり、平成 23 年度は「山田錦」が高くなるなど、値のばらつきは年度間で見られた。他方、「山形酒 104 号」は大きな値の変化は見られず、3 年間は 2.6, 2.5, 2.7 と推移した。3 年間の平均では「山田錦」が 2.5 と一番低くなった。「山形酒 104 号」は 2.6 と「山田錦」よりはやや高く、「出羽燦々」よりは低い。このことより「山形酒 104 号」はアミノ酸量が過多になりにくく、酒質のバランスがとりやすいのではないかと推測された。

表 3 「山形酒 104 号」の酒米分析結果の経年変化

品種	年度	産地	千粒重 (g)	碎米率 (%)	吸水性 (20 分,%)	消化性		粗タンパク (%/DRY)
						Brix	F-N	
山形酒 104 号	H22	水田農業試験場	25.7	8.3	27.0	6.51	0.59	4.34
	H23	水田農業試験場	25.6	10.9	26.4	8.35	0.71	4.12
	H24	水田農業試験場	25.1	6.8	27.4	9.76	0.82	4.25
		大江町	25.7	6.3	28.0	9.25	0.86	4.33
山田錦	H22	兵庫県	25.3	7.3	28.5	7.57	0.63	4.15
	H23	兵庫県	26.7	9.9	29.1	9.76	0.71	4.45
	H24	兵庫県	26.3	8.3	28.5	10.87	0.91	4.38

3.2 試験醸造

「山形酒 104 号」の平均精米時間は、35%精米まで約 29 時間であった。「山田錦」での 35%精米時間が約 26 時間であったのに比べ、やや長時間を要した。高温障害の影響で米質が硬くなったことが影響していると思われるが、今後さらに検証する必要がある。

洗米時の吸水率の変化を図 2 に示す。

洗米時の吸水速度は、「山田錦」が水温 5.9℃、洗米時間 9 分 30 秒で吸水率 30%に対し、「山形酒 104 号」は 13 分となり、吸水は緩やかで吸水率の調整がしやすい品種であることが分かった。

製麹においては、温度は順調に推移し製麹時間は「山田錦」と同等の経過となった。酵素力価は、平成 22, 23 年はほぼ同等であったが、平成 24 年は全体的に低くなった。これは、麹菌を変えた影響よりも原料米特性の影響が強く表れたものと考えられた。

酒母のアミノ酸度はいずれの年も 1.0ml を下回った。最高ボーメは 15 付近で推移し、使用時のアルコールは約 10%で健全な酒母が育成できた。

表 5 に試験醸造の成分分析結果を示す。

平成 22, 23 年度は総米 120kg と小さい仕込になったことが影響したせいか、醗日数がやや短くなった。最高ボーメは 7~8 と年によってばらつき、最高ボーメが低くなった年は高温障害の影響を受けたものと思われる。全般にアミノ酸度が低く、官能的にも良好な結果が得られた。平成 22 年度はもろみ圧搾機の設定ミスにより粕歩合が高くなってしまったが、その後の 2 年間は「山田錦」とほぼ同等であった。香気特性では、カブロン酸エチル、酢酸イソアミルなどの吟醸香成分の生成量は

表 4 PB-II/PB-I の値の推移

PB-II/PB-I	H22BY	H23BY	H24BY
出羽燦々	2.9	2.5	2.6
山田錦	2.4	2.7	2.3
山形酒 104 号	2.6	2.5	2.7

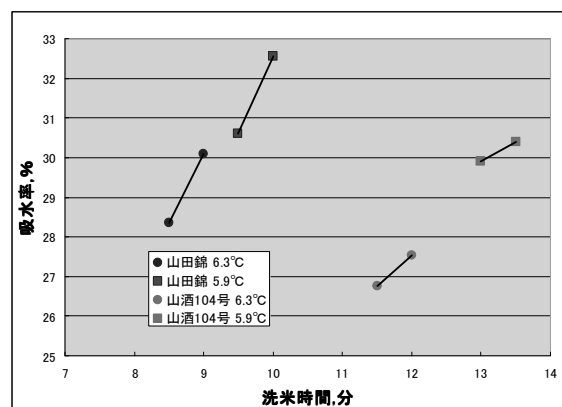


図 2 洗米時の吸水率の変化

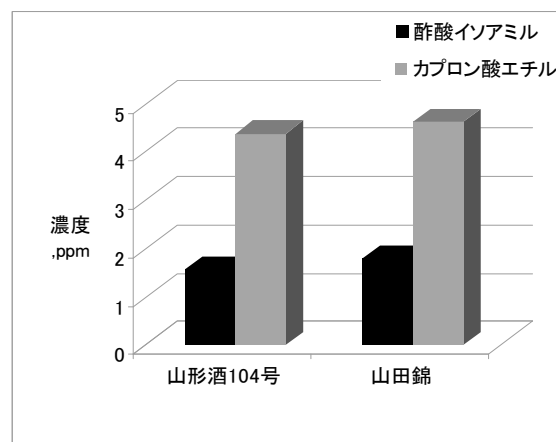


図 3 香気成分分析結果

表 5 試験醸造結果

品種名	年度	総米	醗日数	アルコール (%)	日本酒度	酸度 (ml)	アミノ酸度 (ml)	粕歩合 (%)
山形酒 104 号	H22	120kg	26 日	17.8	+4	1.2	0.8	80.0
	H23		26 日	17.5	+2	1.3	0.9	45.0
	H24	600kg	29 日	18.0	+5	1.2	1.0	53.5
山田錦	H22	600kg	28 日	17.8	+4	1.3	1.0	52.3
	H23		27 日	18.1	+5	1.2	1.0	48.7
	H24		28 日	17.5	+1	1.2	1.0	59.2

「山田錦」とほぼ同等の値を示した(図3)。これまでの試験醸造では「山形酒 104 号」による生成酒は辛口に仕上がる傾向にあったが、今後もデータ収集を行い、醸造特性の把握に努めたい。

4 まとめ

「山形酒 104 号」は、大粒米、低タンパク性をもつ優れた酒造好適米であり、3 年間の試験研究では良好な醸造適性を持つことが確認できた。平成 24 年度の試験醸造酒による市場調査では、対象の「山田錦」と比較しても遜色のない評価が得られている。平成 26 年度以降は、試験を県内酒造メーカーと協力して行い、データを集積、検証していく。今後は純米大吟醸酒の試験醸造を実施し、さらにデータの蓄積を図り、本県酒造業界を牽引する品種へ成長させる予定である。

文 献

- 1) Y.KIZAKI,Y.INOUE,N.OKAZAKI,S.
KOBAYASHI:J.Brew.Soc.Japan.,86,
293(1991)

抄 録 ／ 投 稿 論 文

簡易・迅速前処理の大気圧走査電子顕微鏡 JASM-6200

須賀三雄* 西山英利* 寺本華奈江* 渡部善幸** 佐藤主税***

生物試験分析, Vol.36, No.3, pp.235-244(2013)

液体中の試料を観察できる大気圧 SEM の開発により、脱水・乾燥などの熟練が必要で手間のかかる試料前処理なしに、簡単かつ迅速な電子顕微鏡観察が可能になってきた。像形成の理論的解釈が揃ってきており、基礎研究への適用が始まっている。今後実証を積み重ねることにより、医療分野における検査にも本格適用できると期待される。

* 日本電子株式会社 ** 工業戦略技術振興課

*** 産業技術総合研究所バイオメディカル研究部門

ラ・フランスパウダーおよびラ・フランスエッセンス香料の開発

飛塚幸喜

日本食品化学工学会誌, Vol.60, No.4, pp.153-158 (2013)

ラ・フランス果実を活用した新食品素材開発

飛塚幸喜

果汁協会報, 1月号, pp.17-23 (2013)

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。

日本ナシ果実のポリフェノールおよびラジカル消去活性の熟度による変化

菅原哲也 五十嵐喜治*

日本食品科学工学会誌, Vol. 60, pp. 516-520 (2013)

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、各ポリフェノール成分について、DPPHラジカル消去活性への寄与率を考察した。

* 山形大学農学部

抄 録 ／ 学 会 発 表 等

破砕層評価に基づく高密度セラミックスの低損傷研削（口頭）

江端潔 松田丈

2013 年度 公益社団法人砥粒加工学会 学術講演会（2013.8.29）

セラミックス研削部品の信頼性評価に不可欠な破砕層の評価方法を、研削面の傾斜研磨と検査面の形状測定・画像解析の組み合わせによって確立した。また、荒加工用砥石で高密度アルミナセラミックスに発生した破砕層深さを調べ、その2倍を中加工の総切込み深さとし、さらに中加工面の測定値の2倍を#4000有気孔硬質ボンド砥石の総切込み深さとすることで、破砕層深さを1 μ m以下にできた。この砥石には、砥粒切れ刃トランケーションが必要である。

Depth profiles of residual stress in Ni-based carbon nanotube composite coatings（口頭）

加藤睦人 鈴木庸久

Interfinish 2012（2012.11.15）

現在、我々はカーボンナノチューブ（CNT）を複合化させた、高寿命のNi基薄型ダイヤモンド電着砥石の開発を行っている。電着の際に発生する残留応力により、ブレードに反りが発生することが問題となる。残留応力の深さ方向分布を解析した結果、CNT複合被膜では、最表面に応力勾配が生じていることがわかった。また、CNT複合被膜は、加熱処理により残留応力を緩和することが可能で、被膜の反りを解消することがわかった。

酸化セリウム複合化によるCNT-ダイヤモンド砥石の石英ガラス研削性能の向上（口頭）

加藤睦人 鈴木庸久

表面技術協会第127回講演大会（2013.3.19）

プラズマ焼結法を用いた、銅を基材としたカーボンナノチューブ（CNT）複合ダイヤモンド砥石の開発を行っている。今回は石英ガラスに対しての研削性能の向上を目指し、酸化セリウム（CeO₂）複合化の効果を確認した。その結果、CNT-CeO₂コートダイヤモンドを銅基材に

分散させた複合砥石よりも、CeO₂とCNTコートダイヤモンドを銅基材に分散させた複合砥石の方が、研削性能が向上することがわかった。

Fabrication of Cu-based Carbon Nanotube Composite Coating by using an Ultrasonic-assisted Electroplating Method（口頭）

鈴木庸久 加藤睦人

25th International Microprocesses and Nanotechnology Conference, The Japan Society of Applied Physics, (2012.11.2)

超音波援用めっき法によるカーボンナノチューブ複合銅めっき被膜の形成について報告した。カーボンナノチューブの前処理として、マイクロ波下での高温高压酸処理の効果、およびカーボンナノチューブ複合銅めっきの物性について示した。

Control of grain dispersion by using flexural standing wave vibration disks（口頭）

鈴木庸久 横山和志 村岡潤一

The 33th Symposium on UltraSonic Electronics, (2012.11.13)

縮退した2つの屈曲振動を用い、進行波および定在波を励振し、砥粒集中度をコントロールできることを報告した。FEMによる振動板の設計および実際の振動モード解析結果もあわせて報告した。

Ni-based carbon nanotube composite coating for high performance electroplated diamond tools（口頭）

鈴木庸久 今野高志*

INTERFINISH 2012 (2012.11.15)

高性能ダイヤモンド電着砥石を可能とするカーボンナノチューブ複合ニッケルめっき被膜について報告した。カーボンナノチューブ複合化による砥粒保持力の向上、工具寿命の改善について示した。

* ジャスト株式会社

Fabrication of Titanium based hard coatings by UHF microplasma MOCVD at atmospheric pressure (口頭)

鈴木庸久 加藤睦人 清水禎樹*

INTERFINISH 2012 (2012.11.15)

UHF帯の大気圧マイクロプラズマMOCVDによるチタン系硬質被膜の形成について報告した。ロッド状の基板に、チタンテトライソプロポキシドの溶液とガス原料をもとに、TiC、TiNの被膜を形成し、XPS等により被膜物性を評価した。

* 独立行政法人産業技術総合研究所

Mechanism of TiC layer formation on high speed steel by a single pulse in electrical discharge machining (口頭)

鈴木庸久 小林誠也

INTERFINISH 2012 (2012.11.15)

放電加工における単発放電による炭化チタン被膜が高速度鋼に形成されるメカニズムについて考察した。単発放電痕の観察・分析および電圧・電流波形から、単発放電により炭化チタンが電極から移動するメカニズム、被膜が形成されていく過程でどのように付着量が変化していくかを考察した。

Effects of vibration frequency and amplitude of sonication on electroplating Ni-based carbon nanotube composite coatings (口頭)

鈴木庸久 加藤睦人

2nd Annual International Conference on Materials Science, Metal & Manufacturing (2012.11.19)

カーボンナノチューブ複合ニッケルめっき被膜の電気めっきにおける超音波処理の周波数および振幅の効果について報告した。異なる周波数および振幅で形成しためっき被膜の分析から、振動速度によりその影響を把握できることを示した。

強力超音波を援用した微粒子複合めっき被膜の高速成膜 (口頭)

鈴木庸久 加藤睦人 村岡潤一 横山和志
2012年度精密工学会東北支部学術講演会 (2012.12.1)

強力超音波を援用し、微粒子を音場でトラップした状態での複合めっき被膜の高速成膜法について報告した。高電流密度下において、複合めっき被膜が高速成膜可能であることを示した。

強力超音波を援用した走査型電気めっき法によるダイヤモンド複合ニッケルめっき被膜の形成 (口頭)

鈴木庸久 加藤睦人 村岡潤一 横山和志
2013年度精密工学会春季大会学術講演会 (2013.3.15)

強力超音波を援用し、ダイヤモンド粒子を音場でトラップした状態での複合めっき被膜の走査型電気めっき法について報告した。超音波条件とダイヤモンド砥粒の複合形態について示した。

強力超音波を援用した走査型電気めっき法によるカーボンナノチューブ複合ニッケルめっき被膜の形成 (口頭)

鈴木庸久 加藤睦人 村岡潤一 横山和志
表面技術協会第127回講演大会 (2013.3.18)

強力超音波を援用し、カーボンナノチューブを音場でトラップした状態での複合めっき被膜の走査型電気めっき法について報告した。超音波条件とカーボンナノチューブの複合形態について示した。

カーボンナノチューブ複合めっき被膜の高温軟化現象を用いた微細形状の創成 (口頭)

鈴木庸久 松田丈 加藤睦人 村岡潤一 小林誠也
表面技術協会第128回講演大会 (2013.9.24)

カーボンナノチューブ複合化による高温軟化現象を用い、ナノインプリントによる微細構造の転写について報告した。400℃以上で高温軟化を示すカーボンナノチューブ複合ニッケルめっき被膜に対して、5μmスクエア型ドットパターンの転写が可能であることを示した。

高硬度冷間ダイス鋼のミーリング加工における快削成分、硬さの影響（口頭）

小林庸幸 鈴木庸久 高橋裕和 莊司彰人 渡部光隆 村岡潤一 佐藤啓 小野昌寛* 矢作勇雄*

2012年度精密工学会東北支部学術講演会（2012.12.1）

快削成分、硬さの異なるSKD11相当、高硬度冷間ダイス鋼にミーリング加工を行い、工具寿命、表面粗さ、切削抵抗に及ぼす快削成分、硬さの影響を調べた。その結果、快削成分は工具の長寿命化及び穴加工トルクの減少に寄与し、硬い材料ほど加工抵抗が大きくなること、また快削成分、硬さとも表面粗さにほとんど影響しないことがわかった。

*株式会社最上世紀

単結晶ダイヤモンド工具の機上成形による工具刃先の精密位置合わせ（口頭）

小林庸幸 齊藤寛史 一刀弘真

2013年度精密工学会春季大会学術講演会（2013.3.13）

筆者らはこれまで、単結晶ダイヤモンド工具を加工機に取り付けたまま工具刃先を成形する、機上成形の研究を行ってきた。多軸切削加工において、工具刃先を回転テーブル中心軸に高精度に合わせることができれば、複雑形状加工の実現や加工精度の向上が期待される。本研究では、旋削加工における工具刃先の精密位置合わせに機上成形を利用する手法について検討を行った。

放電加工用銅タングステン焼結材の楕円振動切削（口頭）

齊藤寛史 横山和志 鈴木庸久

2013年度精密工学会秋季大会学術講演会（2013.9.13）

精密金型の微細放電加工では、低消耗電極として銅タングステンが広く用いられている。著者らは更なる電極の低消耗化を実現するため、放電プラズマ焼結による銅タングステン材料の開発を行っている。一方で銅タングstenは工具摩耗が激しく、難削材として知られている。本研究では、切削抵抗の大幅な低減と工具摩耗

の抑制に効果のある楕円振動切削を応用し、開発した銅タングステン焼結材の加工実験を行った。その結果、楕円振動により加工面の脆性破壊を低減できることが分かった。

メガヘルツ定在波音場を用いた液中平面上への微粒子整列（口頭）

村岡潤一 鈴木庸久 中村健太郎*

第33回超音波エレクトロニクスの基礎と応用に関するシンポジウム（2012.11.15）

整列した微粒子砥粒を持つ薄型砥石を形成することを目的に、メガヘルツ帯の超音波振動子及び反射板を用いて、基板上に定在波音場を発生させることにより生じる、音響放射力を利用した砥粒整列法を検討した。その結果、砥粒を0.5～1.0mmの間隔で周期的かつ列状に整列させることが可能であること、その周期的間隔は、超音波の反射角度により制御可能であることを明らかにした。

*東京工業大学

メガヘルツ定在波音場を用いた液中微粒子の整列における音響放射力（口頭）

村岡潤一 鈴木庸久 中村健太郎*

精密工学会 2013年度春季学術大会学術講演会（2013.3.15）

整列した微粒子砥粒を持つ薄型砥石を形成することを目的に、メガヘルツ帯定在波音場を発生させることにより生じる、音響放射力を利用した砥粒整列法を検討した。実測した音圧値を元に、有限要素法を用いて砥粒に作用する音響放射力を解析し、砥粒を動かすために必要な音響放射力を求めた。その結果、砥粒列の端における音響放射力が一定となること、音圧により砥粒列の幅が制御可能であることを明らかにした。

*東京工業大学

銅タングステン焼結体電極の粒子径と組成が放電加工特性に及ぼす影響（口頭）

横山和志 鈴木庸久 齊藤寛史

2013年度精密工学会秋季大会学術講演会

(2013.9.13)

形彫放電加工の電極材は、加工精度や生産コストの点から、加工速度が得られ、低消耗である特性が求められる。本報告では、放電プラズマ焼結により、粒子径および組成比の異なる銅タングステン焼結体電極を作製し、放電エネルギーの小さい加工条件において、加工速度と電極消耗に及ぼす影響を調べた。その結果、タングステンの組成比が高いほど加工速度および電極消耗は大きくなる傾向を示した。

微細凹凸構造のはっ水性を有するエレクトロウェットティングデバイスの作製 (口頭)

小林誠也 岩松新之輔 矢作徹 阿部泰 牧野英司* 峯田貴**

表面技術協会第 127 回会講演大会 (2013.3.18)

エレクトロウェットティングにおいて低電圧での液滴駆動を目指し、D-RIE により加工したシリコンの立体構造上に電極と誘電体膜を形成し、さらにはっ水性の SAM 膜を組み合わせたデバイスを作製し、特性を評価した。凸部の面積率を低くすることにより高い接触角が得られ、低電圧での液滴移動が可能であることを示した。

* 弘前大学大学院

** 山形大学大学院

濡れ性の違いを利用した濃縮型グルコース分析デバイスの開発 (口頭)

小林誠也 岩松新之輔 矢作徹 阿部泰 牧野英司* 峯田貴**

表面技術協会第 128 回講演大会 (2013.9.24)

ガラス基板上に感光性エポキシ樹脂の微細凹凸構造を持つはっ水面とガラスの親水面を組み合わせた構造のグルコース分析デバイスを作製した。反応液とグルコースを混合した溶液を滴下後、加熱による濃縮と蛍光化を行い、グルコース濃度の違いにより蛍光強度が変化することを示した。

* 弘前大学大学院

** 山形大学大学院

a-InGaZnO₄ 薄膜の残留応力制御と TFT 活用層への応用 (口頭)

岩松新之輔 阿部泰 矢作徹 小林誠也 竹知和重* 田邊浩*

第 60 回応用物理学春季学術講演会 (2012.3.29)

低温プロセス適合性が高い a-InGaZnO-TFT の特徴を生かして、フレキシブルディスプレイへの応用を指向した樹脂基板への素子形成の試みが報告されている。樹脂基板上に素子形成を行う場合、従来のガラス基板では考慮の必要性が低かった薄膜の内部応力による影響が顕著に現れる可能性がある。a-InGaZnO-TFT をフレキシブルディスプレイへ応用するためには、素子を形成する薄膜の残留応力制御と応力制御された素子において TFT 特性が確保されることが必要となる。本研究では、a-InGaZnO 薄膜の膜応力制御と各応力状態の a-InGaZnO 膜を用いたボトムゲート型 TFT の特性評価を行い、チャネルの応力状態と TFT 特性の関係について考察した。

* NLT テクノロジー株式会社

Characterization of Stress-Controlled a-IGZO Thin Films and their Applications to Thin Thin Film Transistor and Micro-Electromechanical System Processes (ポスター)

岩松新之輔 竹知和重* 阿部泰 矢作徹 田邊浩* 小林誠也

AM-FPD'13 (2013.7.4)

The residual stress in the amorphous indium-gallium-zinc oxide (a-InGaZnO) thin films deposited by magnetron sputtering is reported. The films with various residual stress are characterized by atomic force microscopy, scanning electron microscopy, and X-ray diffraction. We found that the residual stress strongly depends on sputtering-gas pressure. We also found that there is relationship between residual stress and microstructure of a-InGaZnO thin films. In order to gain more insight for the a-InGaZnO thin films with various residual stress, we fabricated a-InGaZnO thin-film

transistors (TFTs), and measured their transfer characteristics. We also fabricated a-InGaZnO TFTs on self-supported membrane, using micro-electromechanical systems (MEMS) process techniques, for the a-InGaZnO applications to MEMS devices.

*NLTテクノロジー株式会社

山形県産スギ材を活用した防火サッシの開発 (ポスター)

高橋光雄* 江部憲一

日本木材保存協会第29回年次大会(2013.5.28)
木材工業, Vol.68, No.9, pp. 391-393 (2013)

山形県産スギ材を活用したサッシの開発に取り組んだ。開発項目として、スギ製サッシの風合いを維持する塗装条件の検討および、防火性能付与技術の2つを設定した。

スギおよび、既存の木製サッシの材料として実績のあるベイマツと青森ヒバの集成材に外装用木部塗料を塗装し、屋外暴露試験を行った。その結果、スギはベイマツや青森ヒバと比較して耐候性能は遜色ないことが明らかとなり、同時に最適な塗料・塗装条件も確立できた。

防火設備(遮炎性能20分)の国土交通大臣認定取得を目指し、実大サイズのスギ製サッシを試作し性能評価に取り組んだ。その際、スギには難燃薬剤は注入しないこととし、さらに美観を考慮し網入りではない透明な耐熱強化ガラスを採用することとした。スギ枠細部構造や、トリプルガラスやペアガラスの構成を再検討することで、最終的に国土交通大臣認定を取得するに至った。

*アルス株式会社

ラ・フランス果実を活用した新食品素材開発 (口頭)

飛塚幸喜

第56回果汁技術研究発表会, 日本果汁協会技術賞受賞講演 (2013.9.20)

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

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。

新たな食感など、深みを増した食品創成一麴を活用した畜肉加工食品開発への試み (口頭)

飛塚幸喜

発酵食品のおいしさ・高機能化を求めてシンポジウム (2013.2.7)

米麴による食品加工 (口頭)

飛塚幸喜 城祥子 安食雄介 野内義之
日本農芸化学会大会 (2013.3.27)

新たな畜産発酵食品開発に向けた基礎的データの採取を目的に、牛および豚肉を米麴で処理した際の成分変化等について検討した。麴処理後の遊離アミノ酸が最大で約9倍、ペプチドが2倍以上に増加することを明らかにし、米麴を添加・熟成させたソーセージの官能評価では実際にうま味が強くなることを確認した。また麴処理によりガンマアミノ酪酸が増加する傾向が見られた。

KK-Ay マウスにおけるマロニルフラボノイド配糖体の抗糖尿病効果とメタボローム解析 (口頭)

菅原哲也 倉兼静江* 臧延青* 及川彰**
曾我朋義** 五十嵐喜治*

第67回日本栄養・食料学会大会 (2013.5.25)

食用ギクから単離・精製したルテオリン7-O-(6"-O-マロニル)-グルコシド, アピゲニン7-O-(6"-O-マロニル)-グルコシドについてKK-Ayマウスを使用し、糖尿病に対する効果を検証した。フラボノイド投与群では、耐糖能, HbA1c を改善, あるいは改善する傾向を示した。また、フラボノイド投与群では、対照群と比較し、肝臓において、糖尿病の進行により増減するチアミン, NADPH, NADH が改善される傾向を示した。

*山形大学農学部 **慶応先端生命研

地域農産物の特徴を活かした加工品開発と 6 次産業化の取り組み（口頭）

菅原哲也

FOOMA2013 農業施設学会シンポジウム
(2013.6.11)

山形県鶴岡市にある株式会社山本組では、本業の建設事業に加え、2008 年に農事組合法人窪畑ファームを設立し、独自の発酵培土を使用して高品質なトマトを生産している。また、自社の加工施設において、ジュースやジェラートをはじめとした様々な加工品を製造しており、加工施設に隣接するカフェ風の直営店等で販売している。本企業の取り組みと共に、窪畑トマトやトマトジュースについて、「美味しさ」や「機能性成分」を解析した結果についても紹介する。

庄内柿の機能性を活かした食品加工開発と商品開発（口頭）

菅原哲也

日本食品科学工学会第 60 回大会シンポジウム
(2013.8.31)

庄内柿を利用して、フィブロインタンパクやゼラチンを利用した脱渋技術、渋戻り防止技術を確立した。本技術を活用し、柿果実から、鮮やかなオレンジ色を保ち、機能性成分を保持した庄内柿ペーストを開発した。

山形県酒田市の企業が製造する柿酢に特徴的な機能性成分が含まれることを明らかにするとともに、その生産機構について検討した。また、企業と連携し、柿酢を利用して、山形県産果実と柿酢をブレンドした新規な柿酢飲料や調味料を開発した。

サマーティアラ（四季なりイチゴ）のポリフェノールのラジカル消去活性（口頭）

菅原哲也 五十嵐喜治*

日本食品科学工学会第 60 回大会（2013.8.31）

サマーティアラは山形県が開発し、平成 20 年に登録された四季成り性イチゴの新品種である。本研究において、サマーティアラ果実からアントシアニンおよびポリフェノールを抽出し、各種カラムクロマトにて単離・精製するとともに、機器分析によりその化学構造を決定した。また、各成分の DPPH ラジカル消去活性を測定したところ、アグリモニインのラジカル消去活性が顕著に高い値を示した。

*山形大学農学部

研究成果広報委員

榎	寛	小 林 誠 也
松 田 義 弘	佐 藤	啓
境	修	松 木 和 久
飛 塚 幸 喜	中 野	哲
渡 部 光 隆		

山形県工業技術センター報告 No.45 (2013)

2014 年 (平成 26 年) 2 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 寒河江印刷株式会社
