

山形県工業技術センター報告

REPORTS OF YAMAGATA RESEARCH INSTITUTE OF TECHNOLOGY

No.50 (2018)

山形県工業技術センター

YAMAGATA RESEARCH INSTITUTE OF TECHNOLOGY

目 次

論 文

デザイン思考による課題解決の取組みにおけるデザインブレインマッピング（DBM）の活用……………	1
月本久美子 齊藤寛史 木川喜裕 阿部泰 大場智博	
デザイン思考による課題発見型ものづくり勉強会……………	5
木川喜裕 月本久美子 大場智博 境修 阿部泰	
山形らしいお土産菓子の開発……………	9
月本久美子 大場智博 大場智美 大城誠司 元木綾	
金属材料の微細溝切削……………	13
金田亮 佐藤貴仁 半田賢祐 松田丈	
超音波楕円振動を活用したダイヤモンド切削工具の機上成形……………	16
小林庸幸 齊藤寛史 松田丈 半田賢祐 佐藤貴仁	
クローラーロボット制御システムの開発……………	20
高野秀昭	
インクジェット印刷によるフレキシブル基板への配線形成……………	23
矢作徹 村山裕紀 阿部泰 村上穰 加藤睦人 渡部善幸	
パワーデバイスにおける過電流検知用 TSV 構造 MEMS ロゴスキーコイル……………	28
渡部善幸 矢作徹 阿部泰 村山裕紀 九里伸治 吉田賢一 指田和之 新井大輔 池田克弥	
セルロースナノファイバーを用いたプリンタブル湿度センサの開発 ……………	34
村山裕紀 阿部泰 矢作徹 村上穰 加藤睦人 渡部善幸 加藤雅哉 日比野秀昭	
鋳型に用いるセラミックススラリーの管理方法に関する調査研究……………	38
高橋俊祐	

カーボンナノチューブの複合化によるレジンボンド砥石用ポリイミドの機械的特性の向上……………	41
泉妻孝迪 村岡潤一 大津加慎教 村上周平 鈴木庸久	
機械的信頼性向上に向けた熱可塑性樹脂の成形加工技術の開発 ……………	45
後藤喜一 佐竹康史 江部憲一 大津加慎教	
音響放射力による粒子整列技術を用いた UV 硬化樹脂・金属複合体の造形 ……………	51
村岡潤一 鈴木庸久	
めっき皮膜／母材界面組成が密着性に及ぼす影響……………	55
三井俊明	
ブラシ保持用接着剤の高信頼性化に関する研究……………	59
齋藤智 大津加慎教 渡部光隆	
青芋の精練加工および生皮芋との混紡によるニット素材への検討……………	64
平田充弘	
県産紅花加工技術の高度化と染色工業への応用……………	68
平田充弘	
発酵と官能センシング評価を活用した新規低塩漬物開発（第2報）……………	72
後藤猛仁 対馬里美 菅原哲也 石塚健 松田義弘	
プラズマガス・バブルによる食品非加熱殺菌技術の開発……………	76
後藤猛仁 菅原哲也 石塚健 吉木宏之	
果樹剪定枝を活用した燻製用チップ及び燻製商品の開発……………	80
対馬里美 城祥子	
官能評価技術に関する研修……………	83
対馬里美 河野恵信	

県産醸造用ぶどうの成熟過程と発酵試験について..... 86
村岡義之 石垣浩佳 工藤晋平 長谷川悠太 奥山聡 増田華歩 黒田博

官能センシング技術を活用した県産酒の特徴成分解析..... 90
石垣浩佳 長谷川悠太 長俊広 村岡義之 工藤晋平 菅原哲也
杉本昌弘 和田茂樹 新藤雅信 渡曾俊仁 須貝智

抄 録 94

CONTENTS

Papers

Utilization of Design Brain Mapping (DBM) in Design Thinking	1
Kumiko TSUKIMOTO Hiroshi SAITO Yoshihiro KIKAWA Yutaka ABE Tomohiro OHBA	
Study Group of Manufacturing to Discover Problem by Design Thinking	5
Yoshihiro KIKAWA Kumiko TSUKIMOTO Tomohiro OHBA Osamu SAKAI Yutaka ABE	
Development of Typical Confectionaries Made in Yamagata	9
Kumiko TSUKIMOTO Tomohiro OHBA Tomomi OHBA Seiji OHKI Aya MOTOKI	
Micro-groove Cutting	13
Ryo KANEDA Takahiro SATO Kenyu HANDA Takeshi MATSUDA	
On-machine Shaping of Single Crystal Diamond Tools Using Ultrasonic Elliptical Vibration	16
Tsuneyuki KOBAYASHI Hiroshi SAITO Takeshi MATSUDA Kenyu HANDA Takahiro SATO	
Development of Crawler Robot Control System	20
Hideaki TAKANO	
Metal Lines on Flexible Substrates using Inkjet-printing Technology	23
Toru YAHAGI Hiroki MURAYAMA Yutaka ABE Yutaka MURAKAMI Mutsuto KATOH Yoshiyuki WATANABE	
MEMS Rogowski Coil with TSV Structure for Overcurrent Detection in Power Device	28
Yoshiyuki WATANABE Toru YAHAGI Yutaka ABE Hiroki MURAYAMA Shinji KUNORI Kenichi YOSHIDA Kazuyuki SASHIDA Daisuke ARAI Katsuya IKEDA	
Printable Humidity Sensor with Cellulose Nanofibers	34
Hiroki MURAYAMA Yutaka ABE Toru YAHAGI Yutaka MURAKAMI Mutsuto KATO Yoshiyuki WATANABE Masaya KATO Hideaki HIBINO	

Research on How to Manage Ceramic Slurry to be Used as a Casting Mold	38
Shunsuke TAKAHASHI	
Improvement of Mechanical Properties of Polyimide for Resin-bond-grinding-wheel by Composite of Carbon-nanotube	41
Takamichi IZUNOME Junichi MURAOKA Yoshikazu OHTSUKA Shuhei MURAKAMI Tsunehisa SUZUKI	
Study of Molding Process Conditions of Thermoplastic Resin for Mechanical Reliability ..	45
Kiichi GOTO Yasufumi SATAKE Kenichi EBE Yoshikazu OTSUKA	
UV Resin Composite Containing Metal Particle Lines Formed by Acoustic Radiation Force	51
Jun-ichi MURAOKA Tsunehisa SUZUKI	
Influence of Contamination at the Interface between Electroplated Film and Substrate on Their Adhesion ..	55
Toshiaki MITSUI	
Study on Reliability Enhancement of Adhesive for Brush-Holder	59
Satoshi SAITO Yoshikazu OTSUKA Mitsutaka WATANABE	
Degumming of Ramie and Application for Knit Yarn Blending with Silk	64
Mitsuhiro HIRATA	
Improvement of Safflower Processing and Application for Machinery Staining	68
Mitsuhiro HIRATA	
The Development of Low Salt New Pickles with Fermentation and Functional Sensing Evaluation (2nd Report)	72
Takehito GOTO Satomi TSUSHIMA Tetsuya SUGAWARA Ken ISHIZUKA Yoshihiro MATSUTA	
Development of Non-heat Sterilization Technology for Food by Plasma Gas-bubble	76
Takehito GOTO Tetsuya SUGAWARA Ken ISHIZUKA Hiroyuki YOSHIKI	

Development of Smoked Foods and Wood Chips made of Fruit Tree Pruning Branches	80
Satomi TSUSHIMA Sachiko SHIRO	
Training about Sensory Analysis	83
Satomi TSUSHIMA Yoshinobu KONO	
Maturation Process and Fermentation Tests used Vitis vinifera Harvesting Grapes in YAMAGATA	86
Yoshiyuki MURAOKA Hiroyoshi ISHIGAKI Shinpei KUDO Yuta HASEGAWA	
Sou OKUYAMA Kaho MASUDA Hiroshi KURODA	
Feature Ingredient Analysis of Sake made in Yamagata Prefecture Utilizing Physical Function Sensing Technology	90
Hiroyoshi ISHIGAKI Yuta HASEGAWA Toshihiro CHO Yoshiyuki MURAOKA	
Shinpei KUDO Tetsuya SUGAWARA Masahiro SUGIMOTO Shigeki WADA	
Masanobu SHINDO Toshihito WATARAI Satoshi SUGAI	
Abstracts	94

デザイン思考による課題解決の取組みにおける デザインブレインマッピング（DBM）の活用

月本久美子 齊藤寛史 木川喜裕 阿部泰 大場智博*

Utilization of Design Brain Mapping (DBM) in Design Thinking

Kumiko TSUKIMOTO Hiroshi SAITO Yoshihiro KIKAWA Yutaka ABE
Tomohiro OHBA*

1 はじめに

デザイン思考とは、ユーザーを中心に据え、クリエイティブに問題解決を図るための思考法のことです。近年、ビジネス分野において注目されている。その理由の一つは、デザイン思考によって新たなアイデアが醸成されやすい環境を整えられること、もう一つは、プロジェクトやチームに所属するメンバーが自由に意見交換することで、共通の認識や方向性を持つことができ、組織強化に役立つとされているためである。

一方、県の産業振興ビジョンでは「製造業付加価値額の増大」の柱のもと、工業技術センターの成果指標として『製品化支援件数』が掲げられている。目標数は毎年5件ずつ上がり、平成31年度には50件となるが、当センターの業務は多様であり、製品化のみで業務全体の評価をするのは困難である。そこで、中堅職員によるワーキンググループ（以下WG）を立ち上げ、職員自らが考える新たな成果指標を検討することとなった。

本取組みでは、工業技術センターの新たな成果指標の検討をテーマとして、デザイン思考を用いて検討し、その中で新開発のソフトウェアであるデザインブレインマッピングがどのように活用できたかを報告する。

2 デザインブレインマッピングとは

デザインブレインマッピング（以下、DBM）は、国立研究開発法人産業技術総合研究所（以下産総研）が開発した「関係性デザイン議論共有ソフトウェア」である。産総研では、製品や事業等の開発案を、組織や職種の垣根を超えたチームで協調してまとめ上げる方法論を確立し、

普及させることを目的として「構想設計革新イニシアティブ」を立ち上げている。DBMはそのツールの一つであり、今回は普及のために使用を快諾いただいた。

3 取組み内容

3.1 全体WGと有志チームの構成

全体WGは、工業技術センターの各部・場から2～3名ずつ、各技術グループの代表16名で構成した。大人数での議論をより活発に、効果的に進めるため、デザイン思考に興味を持つ本報告の著者5名で取組み手法の検討を行う有志チームを構成し、図1に示すように全体WGと有志チームを行き来しながら検討を進めた。DBMは有志チームでの検討時に使用した。

取組みは、図2のように1～10のステップに分けて行った。ステップ毎の取組みを以下に示す。

3.2 ステップ1 問いを立て直す（有志）

初回の全体WG会議は「どんな成果指標が良いか？」という問いかけから始めた。しかしこの問いでは、メンバーがそれぞれの立場から意見を出しただけでその後の方向性が見出せなか

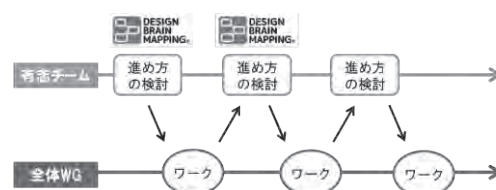


図1 進め方

* 山形県商工労働部工業戦略技術振興課

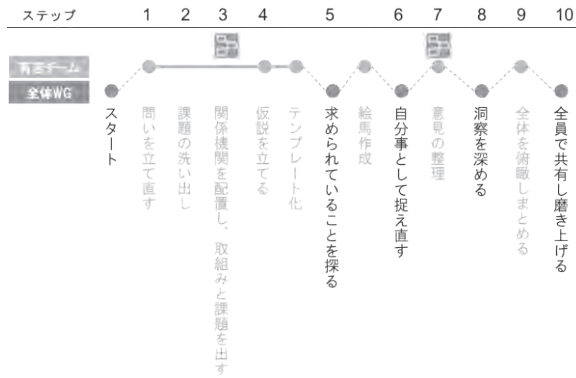


図2 取組み内容（ステップ1～10）

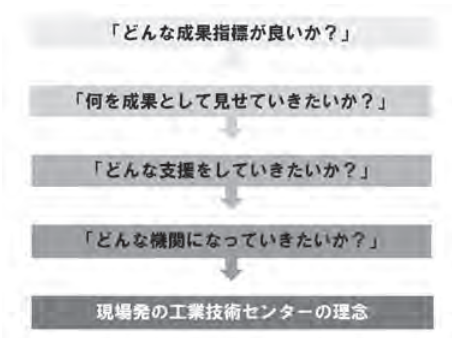


図3 問いの再定義

った。デザイン思考においては、「正しい問い」を見つけることが大切とされているため、有志チームでは最初に問いを立て直すことから始めた。図3に示すとおり段階的に問いを展開し、最終的には「工業技術センターの理念とは何か」と問いを再定義し、新たな成果指標を導き出せると考えた。その検討過程では、職員自身が「どう働きたいか」「何を伸ばしていきたいか」という意識を持つことを二次的な効果として狙った。

3.3 ステップ2 課題の洗い出し（有志）

まず、自分たちの組織が今どういう状況にあるのかを捉え直すため、DBMを使って、図4のように組織の課題を洗い出していった。多くの課題が出たが、即物的な事が多く、今後どうしていきたいかをこれらの課題から導き出すことは出来なかった。

3.4 ステップ3 関係機関を配置し、取組みと課題を出す（有志）

自分たちの課題だけでは次に繋がらなかった

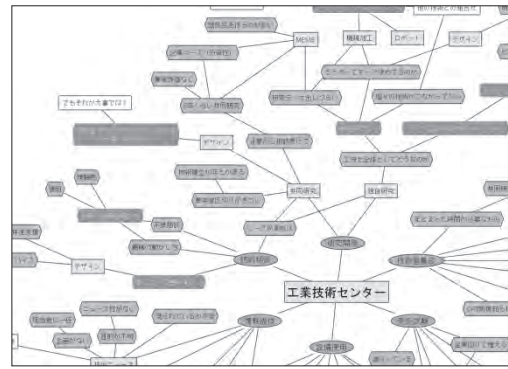


図4 課題の洗い出し

ため、関係機関を周りに配置し、そこでの取組みと自分たちが思う課題点を出していった。それぞれの特徴、違い、似ているところなどが見え、視野は広がったが、工業技術センターの取組みや課題との関係性がうまく繋がらなかった。

そこで、それぞれの顧客（ユーザー）である企業を中心に配置を変えてみたところ、それぞれの関係性が繋がって分かりやすくなったのだが、工業技術センターと他機関との違いはさらに見えにくくなってしまった。

3.5 ステップ4 仮説を立てる（有志）

ステップ2と3では、DBMを使って工業技術センターの課題の洗い出しと他機関との関係を考察した。大小様々な課題を入力し、関係性を可視化・共有することにより、チーム内の話し合いをスムーズに進めることができた。ただ、これだけでは自分たちの取組みや課題とはうまく繋がらなかったため、「工業技術センターのあるべき姿は、企業と他機関の間に差として見えてくるのではないか」という仮説を立て、図5に示すテンプレートを作成した。テンプレートを使用し、以下のように課題を書き出すこととした。

- ①企業についての課題等を列挙する（参加者の経験や想像の範囲で可）。
- ②関係機関（金融・公設機関、大学、行政、県民）の取り組みやその課題について列挙する。
- ③それぞれの機関と工業技術センターとの違いを書き出していく。
- ④③の違いと、①の企業の持つ課題が交差する部分に、自分たちにしか出来ないこと、求められていることを見出していく。

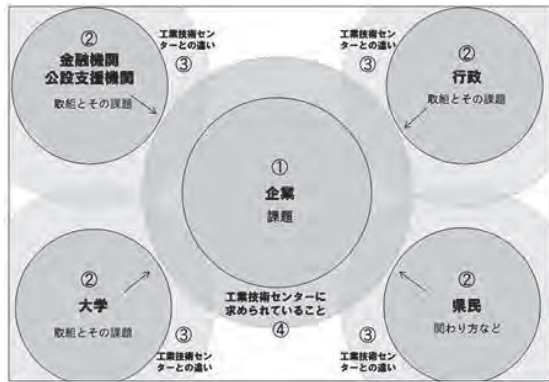


図5 作成したテンプレート

3.6 ステップ5 求められていることを探る (全体WG)

全体WGでは、図5のテンプレートを使い、①～④の課題を検討した。手順が明確になっていたため、様々な視点からのアプローチにより議論が深まり、自分たちに求められていることを具体化することができた。しかし、理念や成果指標として一つにまとめるには至らなかったため、出された意見を以下6つのトピックとしてまとめ直した。

- ①日々の困りごとにフレキシブルに対応する
- ②流れを生み出すコーディネーション
- ③まだ見えていない課題を発掘する
- ④先端技術の開発
- ⑤信頼関係を築く
- ⑥工業技術全体の支援者

3.7 ステップ6 自分事として捉え直す (全体WG)

ステップ5で出たトピックに具体性を持たせ

るため、自分事として捉え直すこととした。ちょうど年末年始の時期だったので、6つのトピック毎に絵馬風のワークシートを作成し、自分自身の目標、やりたいことを書き出した。抽象的なトピックを自分に引き寄せることによって、いかに示す例のように所属するグループの課題も現れるような内容を引き出すことが出来た。

トピック「日々の困りごとにフレキシブルに対応する」

↓

私の目標「グループで情報を共有して、担当者がいなくても、迅速に対応できるようにする」

3.8 ステップ7 意見の整理 (有志)

こうして6つのトピックをきっかけに、個人の目標ややりたいことを抽出していった。その結果、内容も書き方も非常に多様なシートが集まった。そこで、絵馬の内容をすべてデザインブレインマッピングに入力し、図6に示すように軸を定めて配置した。縦軸が抽象的と具体的、横軸はペインリムーバー（リスクを軽減する方向）と、ゲインクリエイター（メリットを生み出す方向）とした。

このマッピングにより、全体WGのそれぞれから提出された目標ややりたいことが整理され、様々な階層の意見を先入観なしに俯瞰できるようになった。

3.9 ステップ8 洞察を深める (全体WG)

ステップ7で作成した6つのマップを使い、全体WGを開催した（図7）。洞察を深め、思い

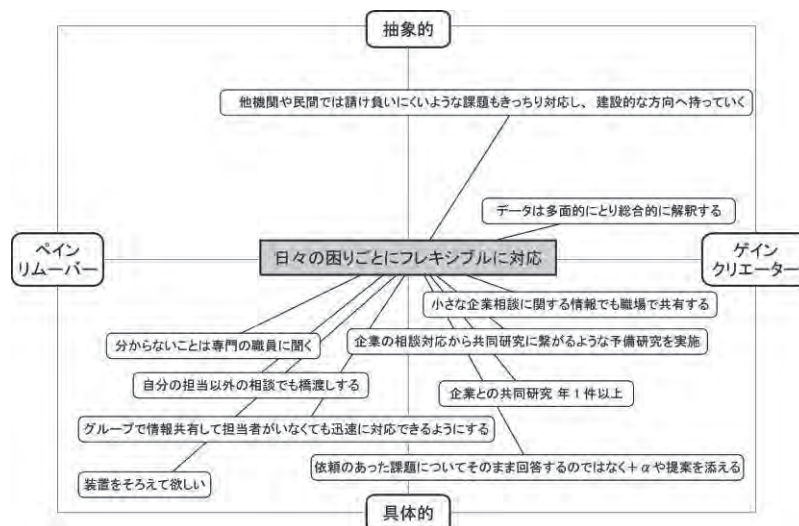


図6 意見のマッピング

と具体性の詰まった文章をつくるという内容である。



図 7 WG 風景

全体 WG での作業は以下のように進めた。

- ①各マップの中から一番気になる意見を探す。
- ②選んだ意見に対して、自分で自分に質問する。
それはなんのために？ どうやって？（問いかけることで、洞察を促す）
- ③問いに答えるように文章を作り上げる。

具体的な内容の例を以下に示す。

グループで情報共有して、担当者がいなくても迅速に対応できるようにする

↓

（なんのために？ どうやって？）

↓

企業の要望に対して、切れ目なく対応し、課題解決のスピードを上げるため、グループ内で常に情報を共有し、対応策についても多角的に検討する。

この作業を行うことで、抽象的な項目を選んだ場合は具体性が増し、具体的な項目を選んだ場合は、その背景にある気持ちの部分を引き出すことに繋がった。作り出す文章の語尾を「～のため、～する」と指定することで、スムーズに進めることができた。

その後、文章を書いた紙を参加者で回覧し、それぞれの文章の中で特に重要と感じた部分に赤下線を付け、シールで投票を行った。個人の意見をベースにしながら、さらにメンバーが重要な点を発見したり意見を加えていくことで、全体の意思が投影された文章となった。

3.10 ステップ 9 全体を俯瞰しまとめる（有志）

集まった文章を有志チームで検討し、理念と成果指標の案をまとめた。文章を貼り付けた白板の写真を撮り、プリントして手元で見ることができるようにしたのだが、全体を俯瞰しながら個人でじっくり考える際に有効であった。

3.11 ステップ 10 全員で共有し磨き上げる（全体 WG）

ステップ 9 で有志チームがまとめた理念と成果指標の案を WG で共有し、磨き上げた。最終的には、当センターの現場が考える理念から導かれた成果指標の案として『企業カルテ数、課題発見数、フェーズアップ数』をまとめることができた。

4 まとめ

DBM の活用について、デザイン思考を用いたチームによる検討においては、以下の知見が得られた。

- 1) DBM は、答えが一つではない課題に対して解決策を考える際、検討方法をシミュレーションするのに適するツールである。
- 2) 集めた意見にバラつきがあった際、DBM を使用することで、属人性を消し、より全体を俯瞰しやすいデータとして整理することができる。
- 3) 成果指標の検討という困難なテーマについても、問いを再定義し、理念から考えることによりまとめることができる。

この検討では、有志チームと全体 WG を交互に行き来しながら、その都度どのようなやり方が良いのか検討しながら進めた。個人の考えを引き出しながら、WG メンバー全員が納得しながら進められたことは、メンバーの意識を変えるきっかけとなり、活動の継続にも前向きな意見が寄せられた。平成 30 年度も継続して成果指標の具体的な検討を進めていく。

謝 辞

デザインブレインマッピングの試用を快諾いただいた国立研究開発法人産業技術総合研究所手塚明氏に深謝申し上げます。

デザイン思考による課題発見型ものづくり勉強会

木川喜裕 月本久美子 大場智博* 境修 阿部泰

Study Group of Manufacturing to Discover Problem by Design Thinking

Yoshihiro KIKAWA Kumiko TSUKIMOTO Tomohiro OHBA* Osamu SAKAI Yutaka ABE

1 はじめに

当センターでは、「うみだす・つくる・のばす・つながる」をキーワードに、企画から設計、試作、評価までの一貫した取組みにより県内企業の製品化を支援するため、平成 27 年度に「ものづくり創造ラボ」を開設した。このラボを活用した取組みの一つとして、デザイン思考を取り入れたアイデアの発想や試作から、新たな価値創出を目指す勉強会を実施したので、その活動内容について報告する。

2 勉強会の目的

「ものづくり創造ラボ」設立のねらいは、様々な視点から課題を抽出し、多様な技術分野が連携してスピーディかつ具体的な解決方法で技術支援を行い、県内企業の新たな製品開発や成長期待分野への参入を促すことにある。そこで、参加企業がデザイン思考を取り入れたものづくりを実践し、将来的に新たな価値や製品をうみだすことを目的とした勉強会を開催した。

ここでデザイン思考とは、ユーザーを中心に据え、拡散と収束を繰り返し行うデザイナーの思考を体系化した考え方である。今回は、山形県が成長期待分野と位置づける中から農業分野に焦点を当てた。これは、超高齢社会により山形県でも農業人口の減少が課題となっている中、県内企業の農業との新しい関わり方を探究するため、本テーマを設定した。

3 勉強会の進め方

本会の名称は「デザイン思考による課題発見型ものづくり勉強会」とし、「農業との新しい関わり方を提案するもの」をテーマに参加企業を募ったところ、9 社 10 名の応募があった。10

月より図 1 のような勉強会を月 1 回のペースで計 6 回開催した。

勉強会での議論を活発にするため、参加者 10 名を 2 チームに分け、講師である株式会社コンセントの長谷川敦士氏と赤羽太郎氏の講義を交えながら、デザイン思考における検討のプロセス「共感、課題定義、発想、試作、評価」の 5 つのステップで活動を実施した。



図 1 勉強会の風景

4 勉強会の活動実施内容

4.1 ステップ 1 共感

ユーザー（サービスの対象）として、上山市でブドウ果樹園を経営している渡辺薫氏にインタビューを行い（図 2）、営農者のことを理解し共感するところから始めた。営農者の弟子になったつもりでインタビューを行う「弟子入り法」を取り入れ、相手の話を引き出す手法を学んだ。この手法は、質問者の知識や解釈を押し付けないこと、相手の価値観を素直に受け入れること、相手に 8 割方喋ってもらうことを実践することで、より多くの話を引き出すことができる。ブドウ本来の味を届けるために無農薬栽培にこだわっていることや、情報発信のために SNS を始

めたこと、将来的に人手不足になることへの不安、経営を安定させて子供や孫の世代にも果樹園を残していかなければならない、といった話を聞くことができた。

また、インタビューから分かったことを付箋紙に書き出し、図3に示す「共感マップ」で分類した。「共感マップ」は、インタビューから出た要素を、ユーザーが「考えていること」「聞こえること」「していること」「言っていること」「見えるもの」の5項目に分類し、ユーザーの気持ちを可視化する手法である。その結果、チーム全員で共通のユーザー像を認識し、ユーザーに共感することに繋がった。



図2 営農者インタビュー

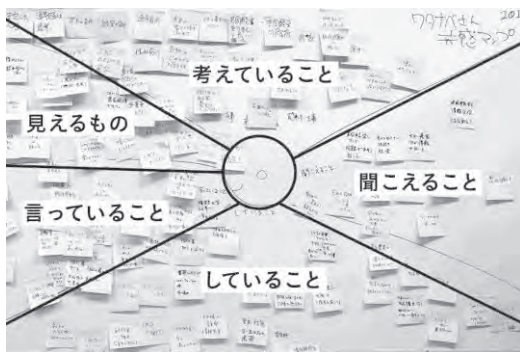


図3 共感マップ

4.2 ステップ2 課題定義

ユーザー視点で課題を定義するために、図4のように仕事の内容や人物像を似顔絵付きでまとめた「ペルソナシート」を作成し、ターゲット像を具体化した。「ペルソナシート」は、チーム内でユーザー像を再確認するため、開発の各ステップにおいても使用した。

また、インタビューを基に、課題定義の手法である「着眼点フレーズ」と「問いを立てる」を用いて課題を定義した。「着眼点フレーズ」は、

「〇〇さんは、〇〇したい。なぜなら〇〇、でも〇〇。」というフレーズをつくり、アプローチする課題を定義する左脳的アプローチの手法である。インタビューの要素を論理的に深掘りすることで、新しい気づきを得ることができる。一方「問いを立てる」は、「どうすれば〇〇できるだろうか？」と疑問に思うことで、発想の幅を広げる右脳的アプローチの手法である。「着眼点フレーズ」と比較し、飛躍した課題を定義するのに適している。この2つの手法を用いて、様々な視点から課題を定義した結果、Aチームは「300年続く農家になるためには」、Bチームは「どうすればSNSやHPでブドウの美味しさを伝えられるか」という課題を定義した。

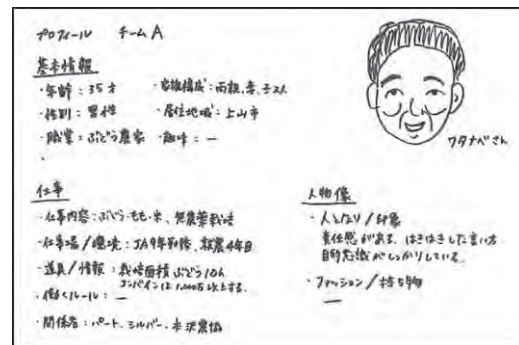


図4 ペルソナシート

4.3 ステップ3 発想

定義した課題に対し、個人でアイデアを出した後、チーム内で図5のような討論を行い共有化を図った。チーム全員の意見を取り入れるためには、一旦個人でアイデアを出すことが有効である。共有した後は、他人のアイデアをベースに、新たなアイデアを次々と出していくことで、ユーザー視点でより多くの発想を生み出すことがとても重要であることを学んだ。

次に、発想したアイデアを、図6に示す「メリットを生み出すアイデア」であるゲインクリエーターと「リスクを軽減するアイデア」のペインリムーバーに分類し、アイデアに優先順位を付け、チームで提案したいアイデアを絞り込んだ。Aチームは「300年続く農家になるためには、地産地消や消費者への農業教育が必要」、Bチームは「SNSやHPでブドウの美味しさを伝えられるために、味をグラフで表したり、他社のあえて美味しくない農作物の情報を発信し、

自社の特徴をアピールする」等のアイデアが出た。



図5 アイデアの共有

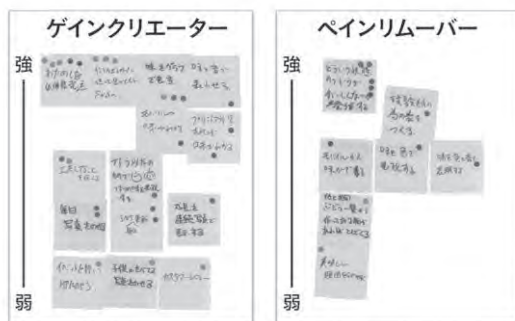


図6 アイデアの分類

4.4 ステップ4 試作

アイデアをスピーディに具体化する試作方法であるプロトタイプの種類や手法を学んだ。製品提案の場合には、紙等の簡易的な材料を使い立体物をつくる「ペーパープロト」、コンセプト提案の場合には、アイデアの状況を4コマや6コマで描く「ストーリーボード」でプロトタイプの試作を行う。

本会で各チームから出たアイデアは、具体的な製品の提案ではなく、仕組み等コンセプトの提案であるため、図7の「ストーリーボード」で試作した。イラスト付きでまとめることで、アイデアの実現性についてチームで共有しながら、より具体的な検討を行うことができた。また、状況を4コマや6コマに絞ることで、アイデアの肝を考えるきっかけになった。



図7 ストーリーボード

4.5 ステップ5 評価

「ストーリーボード」からユーザーが体験する具体的なシナリオをつくり、寸劇型のプレゼンテーションである「アクティングアウト」により評価した。「アクティングアウト」は、状況を演じる者と観客に分かれて行う試作手法の一つであり、短期間でアイデアを検証するのに有効な手法である。図8にその様子を示す。Aチームは300年続く農家になるためには、地域での助け合いが不可欠であり、地産地消に向けた農業のコミュニティや仕組みづくりにより、地域として安定した経営を目指す内容を提案した。BチームはSNSやHPでブドウの美味しさを伝えるために、購入者が栽培から収穫までをオンラインで確認でき、食べたブドウの感想を生産者にフィードバックすることで、自分好みのブドウを定期購入できる仕組みを提案した。「アクティングアウト」は、観客側から客観視することで、状況設定を再確認するきっかけになった。また、アイデアをスピーディに具体化し、小さな失敗を繰り返すことでアイデアの精度を高める大切さを学んだ。



図8 アクティングアウト

5 参加者の意見・感想

参加者からは、「勉強会を通じて、デザイン思考の考え方やプロセスを体験することができて良かった。」「今まではデザイン思考を活用した製品開発ができていなかったと感じた。今後は社内でも共有し取組んでいきたい。」「普段の業務でもユーザーインタビューを行っている。弟子入り法を早速取り入れていきたい。」「アイデア発想は一人で行っていたが、これからは開発メンバーのアイデアに刺激を受けて、さらにアイデアのクオリティを上げていきたい。」「アクティングアウトは、初めは演じることに抵抗があったが、多くの気づきがあった。スピーディにアイデアを検証するのに有効な手法であると感じた。」等の意見や感想が寄せられた。

6 おわりに

県内企業の新製品創出を支援するため、ものづくり創造ラボを活用した「デザイン思考による課題発見型ものづくり勉強会」を開催し、参

加者は以下のことを学ぶことができた。

- 1) 仮設を立て、アイデアを創出，試作（プロトタイプ），検証する，デザイン思考型のものづくり手法。
- 2) インタビューに基づいて，課題やユーザーニーズを発見する手法。
- 3) アイデアをスピーディに具現化することで，アイデアの精度が高まる。
- 4) チームでの発想が個人の発想より効果的である。
- 5) 今回取り上げたテーマについては，製品化の前に，一般消費者との繋がり方や農業を後世へ残していくための仕組みづくりを考える必要がある。

謝 辞

本事業の企画とアイデア創出活動において，協力いただいた株式会社コンセントの長谷川敦士氏と赤羽太郎氏に深謝いたします。

山形らしいお土産菓子の開発

月本久美子 大場智博* 大場智美** 大城誠司*** 元木綾***

Development of Typical Confectioneries Made in Yamagata

Kumiko TSUKIMOTO Tomohiro OHBA* Tomomi OHBA**
Seiji OHKI*** Aya MOTOKI***

1 はじめに

県内の菓子製造業者は、山形らしい商品の開発に取り組んではいるものの、現状では、さくらんぼやラ・フランス、つや姫等を用いた画一的な商品が多く、手詰まり感が否めない。また、県内の土産店に並んでいる県産農産物を使用した菓子のうち、実際には約7割は県外で製造されたものである。そこで、新たな切り口のお土産菓子を開発するため、外部アドバイザーや県内デザイナー、菓子製造企業でプロジェクトチームを立ち上げ、県内の農産物を使用した山形らしいお土産菓子の開発に取り組んだ。

2 開発体制と進め方

図1に開発体制を示す。この事業では県と株式会社エーディーバンクが事務局として全体の運営を担当し、年度内に菓子の試作販売まで行うことを目標とした。菓子製造企業3社は公募により決定した。

開発を始めるにあたり、菓子製造企業とプロジェクトアドバイザー、運営事務局で7月に全体会議を行い、株式会社ニュートンの福地氏より、これからのお土産菓みに求められることやPR方法に関するレクチャーを受けた。また、山形が持つ魅力を再確認しながら、どんな商品を目指すか、各社の方向性を話し合った。

菓子製造企業と組むデザイナーは、企業とデザイナーをマッチングする会「デザ縁」（主催：山形デザインコンペティション実行委員会）において、それぞれ希望するデザイナーとの話し合いで決定した（図2）。

デザイナーを決定した後は、企業、工業技術センター、事務局で、図3のようなデザイン開発シートを使いながら商品コンセプトを固め、

企業は商品菓子の試作を、デザイナーはパッケージデザインの検討を進めた。12月の中間報告会では、想定している売り場のバイヤーと意見交換を行い、改善点を検証した。2月の成果発表会を経て、山形県観光物産館ぐつと山形において、3月期間限定でテスト販売を行った。

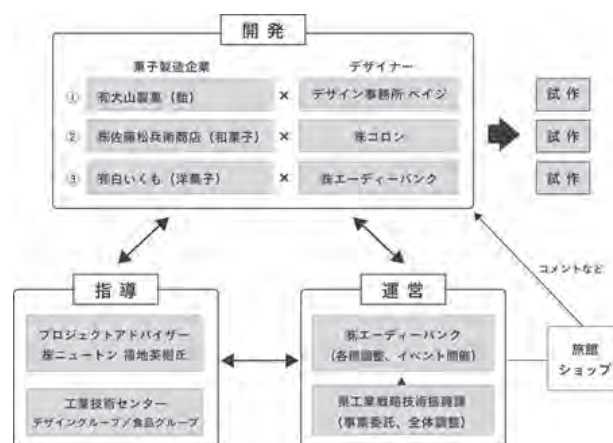


図1 開発体制



図2 「デザ縁」の様子

【平成29年度 やまがたおみやげ菓子開発事業】

* 山形県商工労働部工業戦略技術振興課、** 山形県企業局総務企画課、*** 株式会社エーディーバンク

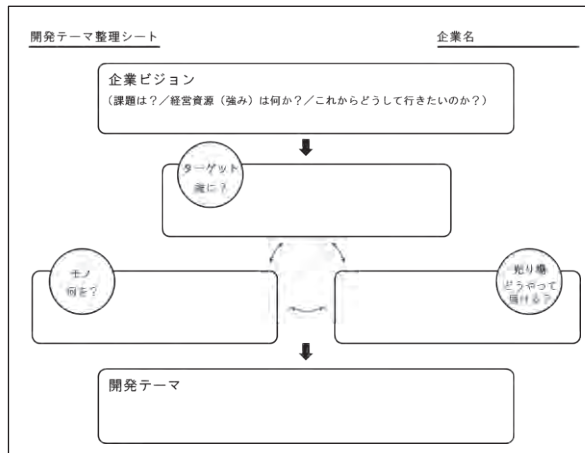


図3 デザイン開発シート

3 開発内容

3.1 「花べっこう飴(山形の紅花と菊の花びら入り)」 有限会社大山製菓

当該企業は県内唯一の手作り飴製造を行っており、主力のさくらんぼやラ・フランス飴のほか、山形の正月には欠かせない初飴の製造も手がけている。通常、県内の土産店等で販売しているが、今回は通常の売り場に加え、都内の百貨店や若い女性が好みそうな雑貨店での販売も視野に入りたいとの要望があった。当該企業の強みは、「山形唯一の手作り飴」、「伝統的な地釜炊き製法」であることから、その特長が最もよく現れている六角形のべっこう飴について、新たな商品を検討することとした。

【材料の検討】当初はさくらんぼやラ・フランス、山ぶどう等、県産の果物を検討したが、他社商品との差別化が難しいため、ターゲットの女性を意識して図4のように紅花や食用菊等、県産の花びらを使うこととした。

飴に花卉を入れるにあたっては、花卉を十分に乾燥させなければならないため、洗浄から乾



図4 花卉入り飴（紅花・黄菊・もって菊）

燥の工程に関して当センターの食品醸造技術部が指導を行った。当初は自社内で花卉の乾燥工程までを行う予定だったが、最終的には外部に委託することとした。

【サイズの検討】現在販売しているべっこう飴の直径は25mmだが、女性や子供には少し大きく感じられたため、一回り小さい22mmで試作したところ、サイズ感が良くなった。しかしながら、予算の関係もあり金型製作までには至らなかったため、今回は既存のサイズで進めることとし、次の製品開発の際に継続して検討することとした。

【パッケージの検討】べっこう飴の特徴である六角形は、亀甲とも呼ばれる吉祥文様の一つである。また、刺し子にも六角形の中に花卉をあしらった花亀甲という模様があることから、伝統的・縁起の良さ・手仕事の丁寧さ・美しさを表す花亀甲をメイン要素として、図5のようにパッケージをデザインした。

開発した商品を図6に示す。



図5 花亀甲をベースとしたパッケージ



図6 「花べっこう飴」

3.2 「佐藤屋の乃し梅のシロップ」

株式会社佐藤松兵衛商店

当該企業は、山形の伝統銘菓である乃し梅を製造している。乃し梅は、山形県産の完熟梅に砂糖と寒天を入れて固めたものだが、徐々に売上が落ちる状況にあった。また、地元の人でも若年層の中には乃し梅を食べたことがないという人もおり、危機感を抱いていた。そんな中、イベントで寒天を入れる前のシロップをかき氷にかけて提供したところ大変好評であった。そこで、伝統銘菓としての歴史やストーリーを活かし、これまでとは違ったターゲットに訴える商品を検討した。

【売り場の検討】 梅の生産者や健康食品としての梅の価値、乃し梅のストーリーを伝えられる販売員がいる雑貨店を想定した。また、食べ方や飲み方を提案できる飲食店もイメージした。

【パッケージの検討】 販売価格に対する包材の原価を割り出すなどコストを意識しながら、形状、容量、作業性、店舗置きし時の見え方などをイメージし、容器の検討を行った(図7)。

外箱には、図8のように乃し梅のストーリーやシロップの飲み方・使い方を和文と英文で表記し、外国人観光客にも手に取ってもらえるよう配慮した。

開発した商品を図9に示す。



図7 容器の検討



図8 外箱のデザイン



図9 「佐藤屋の乃し梅のシロップ」

3.3 「山形ラスク研究所 ラスク詰合せ」

有限会社白いくも

当該企業は、自店舗での直販をメインとして洋菓子(生菓子、焼菓子)の製造販売を行っている。県産小麦と蔵王の伏流水を使ったラスクは好評だが、現在の丸缶のパッケージはお土産としては持ち歩きに不便であった。また、ラスクという競合商品が多い中で、ターゲットにどのように価値を伝えるかが課題であった。そこで、他社との味や製法の違いを明確にし、お客様に伝えるための方法を検討することとした。

【材料の検討】 りんごやさくらんぼ、味噌等、県産素材を使用した山形らしい味で図10のような試作を行った。

【ストーリー】 当該企業のラスクは、スライスした食パンに素材のペーストを塗って焼き上げる独自の製法をとっている。そこで、サイズや形から来る食べやすさや、県産食材との美味しい組み合わせを追求するという意味で「山形ラスク研究所」という仮想の研究所を設定することとした。味の追求については、お客様と一緒に考えていく仕組みをつくることで、他のラスク商品との差別化を目指した。



図10 味の検討

【パッケージの検討】 研究レポートを思わせる分厚い書籍のような箱に、論文のような長いタイトルの商品名を入れるデザインとした。購入者を研究員と位置づけ、研究レポート（お客様アンケート）を提出すると、次のラインナップにその結果が反映される仕組みを検討した。

開発した商品を図 11 に示す。



図 11 「山形ラスク研究所 ラスク詰合せ」

4 中間報告会・成果発表会・テスト販売

4.1 中間報告会

12月中旬に、当センターにおいて中間報告会を行った。名月荘（上山市）の若女将や、佐藤繊維（寒河江市）が運営するセレクトショップ GEA のバイヤーにも参加いただき、価格やパッケージについて売り場視点からのアドバイスを受けた。

4.2 成果発表会

2月中旬に、やまがた藝術学舎において成果発表会を行った。図 12 に示すように、土産店のバイヤーや関係者に、各企業の担当者が開発の背景や商品説明を行い、試食会を行った。

アンケートでは、花べっこう飴は「女性向けのデザインで可愛い」「昔ながらのべっこう飴に山形の味が入ってとても美味しい」、乃し梅のシロップは「色々なレシピで使いたくなる味」「乃し梅とセットで渡しても良さそう」、ラスク詰合せは「本棚のように並べられるデザインが目を惹く」「小袋があったらみんなに配ることが出来る」等の意見があり、概ね良好な評価が得られた。



図 12 成果発表会の様子

4.3 テスト販売

3月下旬～4月上旬にかけて、山形県観光物産会館ぐっと山形においてテスト販売を行った。今回の開発品が、どれも山形の素材を活かした新たな商品であることから、売り場で店員がお客様にストーリーを説明しやすく、当初の予想を上回る売上げがあった。

5 まとめ

1) 企業、デザイナー、アドバイザーによるプロジェクトチームを組み、デザイン視点で開発にあたったことで、企業の強みや山形の魅力を盛り込んだ山形らしいお土産菓子を開発することができた。

2) 中間報告会で販売店側の意見を取り入れることにより、その後の改善及びテスト販売まで迅速に進めることができた。

H30 年度は県内外で販売会を行い、そこで得られた反応を元に商品や販促物の改良を行う。

金属材料の微細溝切削

金田亮 佐藤貴仁 半田賢祐 松田丈

Micro-groove Cutting

Ryo KANEDA Takahiro SATO Kenyu HANDA Takeshi MATSUDA

1 緒 言

表面上に微細な凹凸を形成することで、滑りにくい、水や油をはじく、あるいは、光を反射しないなどの機能が現れる¹⁾。

凹凸の間隔や形状によって、発現する機能は異なるが、本報告では、2種類の加工機を使用して、材料の表面に、形状および間隔の異なる溝を切削加工により高精度に形成するための検討を行った。

2 実 験

2.1 被削材

3種類のアルミ合金(A1015, A5052, A7075), 無電解 Ni-P メッキおよび超微粒子超硬合金を使用した。

2.2 加工機および切削方法

0.001 μ m 分解能を有する超精密加工機((株)ナガセインテグレックス製 N2C-53US4N4)および0.1 μ m 分解能のマシニングセンター((株)牧野フライス製作所製 HYPER5)を使用した。超精密加工機による直交溝の形成は、シェーパ加工により行った。使用した工具は、単結晶ダイヤモンド工具((株)京浜工業所製)である。一方、マシニングセンターを用いたミーリング加工では、直径 1mm の超硬合金製 2 枚刃エンドミル(ユニオンツール(株)製)を使用した。

2.3 測定および評価

溝形成後の形状測定には、非接触 3 次元表面形状・粗さ測定器(ZYGO 社製 New View 7300)を使用した。さらに、走査型電子顕微鏡(SEM: FEI 製 Quanta400)による観察を行い、バリや欠け等を評価した。

3 結果および考察

3.1 矩形溝

図 1 は、A5052 の表面に、0.1mm 幅で矩形の単結晶ダイヤモンドバイト工具を用いて、一方向にシェーパ加工を行い、SEM 観察した写真である。僅かにバリが確認できるが、設定した溝の間隔 0.2mm および深さ 0.1mm は得られている。深さを 0.2mm に設定した場合でも、きれいな溝が形成された(図 2)。さらに、0.3mm 深さの溝加工を行い、形状測定を行った結果を図 3 に示す。バリ等の影響により、0.3mm より深い溝が形成されたが、この場合も非常にきれいな溝を得ることができた。

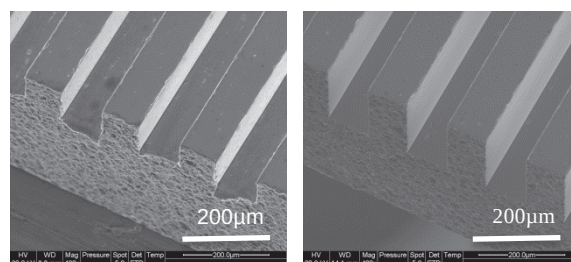


図 1 平行溝の SEM 像 図 2 平行溝の SEM 像
(深さ:0.1mm) (深さ:0.2mm)

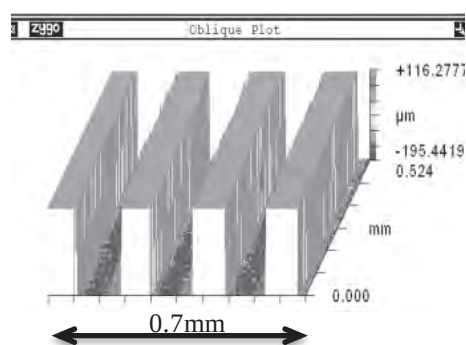


図 3 平行溝の形状測定結果(深さ:0.3mm)

同様の工具(幅 0.1mm)を用いて、間隔 0.2mm, 深さ 0.2mm の直交溝を形成し、SEM 観察した写真を図 4 に示す。直交させた際に生じたと

われるバリは確認できるが、図 5 に示した形状測定の結果から、 $0.1 \times 0.1 \times 0.2\text{mm}$ の四角柱が形成されている。この場合も 0.2mm より僅かに深い溝が形成された。溝底面を測定した結果、 $2.752\mu\text{m}$ の段差があり、これも要因の一つである。さらに、 0.3mm 深さの直交溝を加工し、形状測定した結果が図 6 である。この場合も、約 $10\mu\text{m}$ 深い溝が形成されているが、倒れのない四角柱を得ることができた。

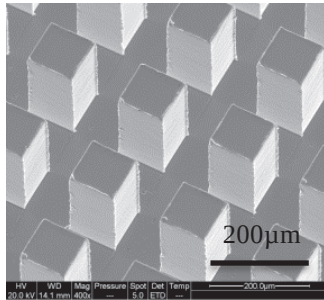


図 4 直交溝の SEM 像(深さ:0.2mm)

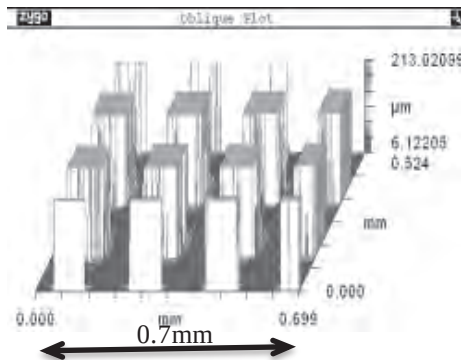


図 5 直交溝の形状測定結果(深さ:0.2mm)

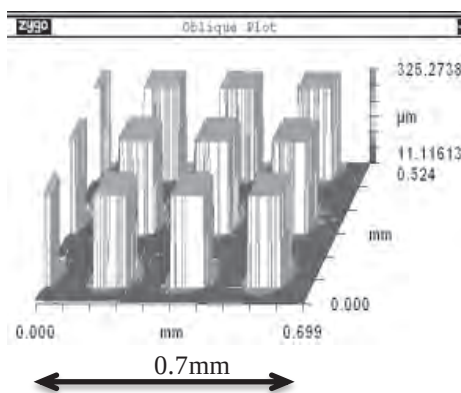


図 6 直交溝の形状測定結果(深さ:0.3mm)

次に、マシニングセンターを用いたミーリング加工により、四角柱を形成し、SEM 観察した

写真を図 7a)～c)に示した。図 7a), b)および c)は、それぞれ A1050, A5052, および A7075 である。倒れのない四角柱は形成されたが、何れもバリが大きい。比較すると、A7075 を用いた場合に、バリが小さい結果を得たが、1 条件のみの結果であることから、さらに検討が必要である。

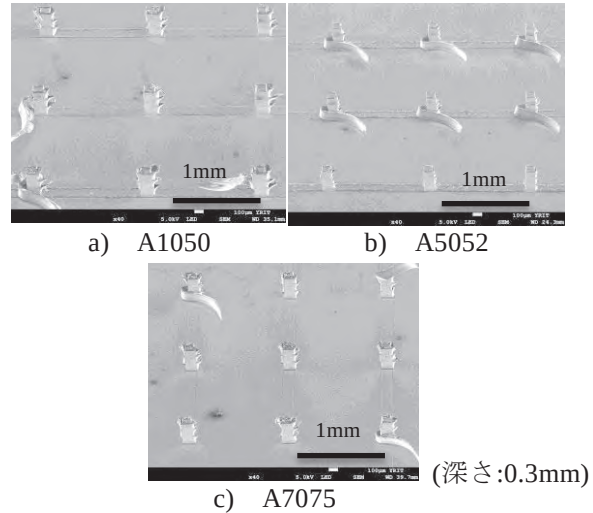


図 7 ミーリングによる直交溝の SEM 像

3.2 三角形溝

マシニングセンターによる四角柱の形成が困難だったため、超精密加工機を用いたシェーパ加工を行った。使用した工具は、三角形の単結晶ダイヤモンドバイトである。図 8 には、 30° のバイトを使用し、間隔を 0.05359mm に設定して直交溝を切削し SEM 観察した写真を示す。加工材質は A5052 である。大きなバリが発生したため、熱硬化性樹脂を用いてバリの除去を試みたところ、図 9 に示す通りバリは確認できないが、四角錐の頂点が変形した。間隔を 0.16077mm に設定し、バリの抑制ときれいな頂点を得ることを目的に、直交溝加工後、最終仕上げとして、直交 2 方向にゼロカットを行った。その結果を図 10 に示す。バリのないきれいな四角錐を得ることができた。

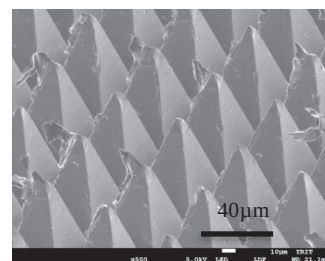


図 8 V30°直交溝の SEM 像(深さ:0.1mm)

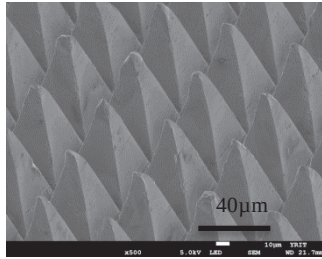


図 9 V30°直交溝の SEM 像(バリ除去後)

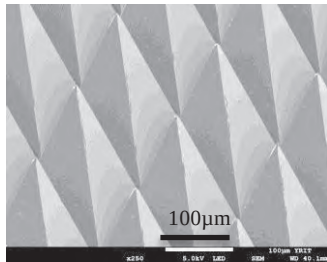


図 10 V30°直交溝の SEM 像(深さ:0.3mm)

次に、15°の単結晶ダイヤモンドバイトを使用して間隔を 0.078991mm に設定し、直交溝加工した時の SEM 写真を図 11 に示す。頂点が得られず、エッジに欠けが生じた。切込み量や送り速度を小さくする等の検討は行ったが、15°での四角錐の形成は不可能であった。さらに、間隔 7μm の直交溝を、より強度の高い無電解 Ni-P メッキに加工した場合、図 12 に示した SEM 写真のとおり、形状が大きく崩れる結果となった。さらに、超微粒子超硬合金に対して、10μm 深さの溝加工を行った。その結果を図 13 に示す。バリのない溝が得られており、直交溝に関しても有効であると考えられる。

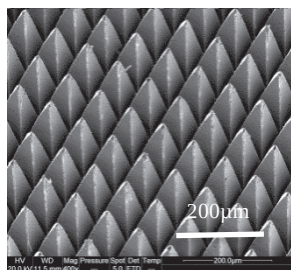


図 11 V15°直交溝の SEM 像(深さ:0.3mm)

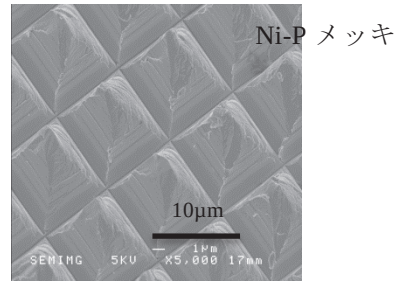


図 12 V15°直交溝の SEM 像(深さ:13μm)

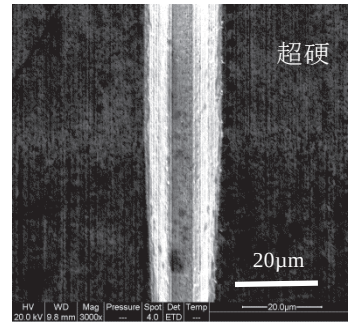


図 13 V15°直線溝の SEM 像(深さ:10μm)

4 結 言

2 種類の加工機を使用して、アルミ合金、無電解 Ni-P メッキ、そして超硬合金の表面に、形状および間隔の異なる溝を切削加工により高精度に形成するための検討を行い、得られた結果は下記の通りである。

- 1) 超精密加工機を用いたシェーパ加工により、A5052 の表面に 0.1×0.1×0.3mm の四角錐を形成することが可能である。一方、マシニングセンターによるミリング加工でも形成可能であるが、大きなバリが発生した。
- 2) シェーパ加工により、A5052 に対して、30°頂角の四角錐は形成可能であるが、15°は困難である。今後はさらに、超微粒子超硬合金を対象材質として、より微細な溝の形成を検討していきたい。

文 献

- 1) 諸貫信行他：微細構造から考える表面機能，森北出版，2011

超音波楕円振動を活用したダイヤモンド切削工具の機上成形

小林庸幸 齊藤寛史 松田丈 半田賢祐 佐藤貴仁

On-machine Shaping of Single Crystal Diamond Tools Using Ultrasonic Elliptical Vibration

Tsuneyuki KOBAYASHI Hiroshi SAITO Takeshi MATSUDA Kenyu HANDA
Takahiro SATO

1 緒 言

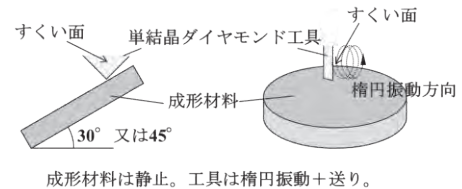
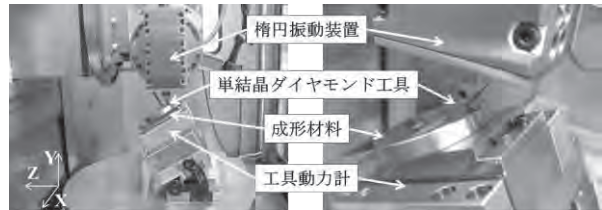
超音波楕円振動切削はダイヤモンド切削工具による鋼材の直接加工、難削材の加工及び微細形状に有効な加工方法である。しかし、数百 nm ～数 μm の微細形状を有する数十 mm 角以上の面積の加工を行う場合、加工途中の工具摩耗が課題である。従来は、摩耗した工具を新品工具に交換したのちマイクロ스코プで工具刃先を再位置決めし、加工を再開している。しかし、マイクロ스코プによる位置決め精度には限界があるため、刃先高さの違いが被削材に段差となったり、ピッチの違いがスジとなって現れたりする現象が発生している。

そこで本研究では、超音波楕円振動切削を活用し、摩耗したダイヤモンド切削工具を加工機から取り外すことなく機上成形したうえで、刃先の精密位置決めを行う。超音波楕円振動（以下、楕円振動）を機上成形に活用する利点は以下の2点である。

(1) 工具刃先を成形材料に毎秒約 40000 回接触させることにより、単位時間当たりの成形量が多く効率的な成形が見込まれる。

(2) 筆者らの過去の研究¹⁾では、旋削加工やシェーパ加工に用いる非回転工具の機上成形を行う場合、スピンドルを用いて成形材料を回転させなければならない。しかし本研究の手法では成形材料を固定したままで機上成形ができるため、スピンドルが不要になり、シンプルな装置構成で機上成形が可能となる。

楕円振動切削を活用した機上成形により、これまで困難であった微細形状を有する大面積加工が、1本の切削工具と固定された成形材料のみで可能となる。本研究では、工具刃先にチップングが生じない機上成形条件を見出し、各機上成形条件についての基礎的知見を得たので報



成形材料は静止。工具は楕円振動+送り。

図1 実験装置概略図

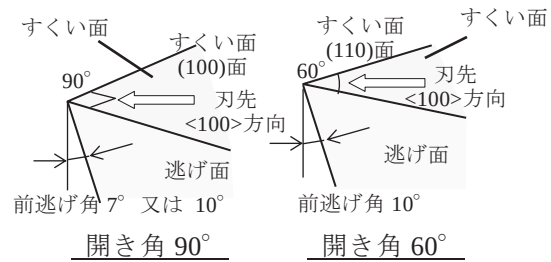


図2 工具形状及びすくい面方位

告する。

2 実験方法

2.1 実験装置概要

図1に実験装置概略図を示す。成形される側の工具には図2に示す2種類のV形状の単結晶ダイヤモンド工具（株）アライドマテリアル製UPC）を用い、楕円振動装置（多賀電気（株）製EL-50）に取り付けた。成形材料としてバイナレス超微粒超硬合金（富士ダイス（株）製TFJ03）を傾けた状態で固定した。バナジウムを成形材料に使用する条件では、バナジウム薄板を超硬合金に貼り付けて実験に供した。加工機には超精密非球面研削盤（株）ナガセインテグレックス製N2C-53US4N4）を用い、研削盤の砥石を取り外したうえで楕円振動装置を治具に

より固定し実験を実施した。楕円振動の軌跡は円運動、振幅は $4\mu\text{m}_{p-p}$ とした。加工液はミストの有無で比較した。油剤にはフジ BC 技研(株)製 LB-10, 外部給油装置にはフジ BC 技研(株)製マイクロブースター μ をそれぞれ用いた。成形中の加工抵抗は工具動力計 (Kistler 社製 9256C1) で測定した。

2.2 成形パス

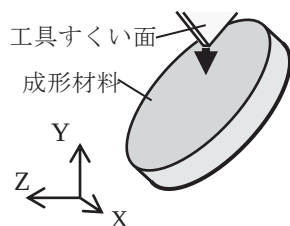
図 3 に工具と成形材料を相対運動させるための成形パスを示す。本研究では 4 通りの成形パスで実験を行った。

“成形パス Y 方向”は、工具を Y 方向下向きに成形材料に進入させるパスである。

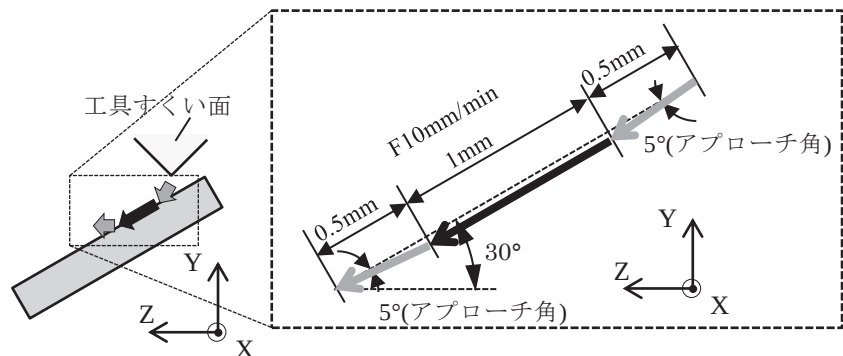
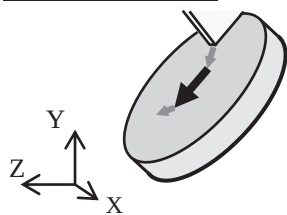
“成形パス YZ 方向”は、工具を成形材料に沿うように進入させるパスであり、筆者らの過去の研究¹⁾で実施した成形パスに類似したパスである。図 3 に示す工具が成形材料に進入及び退避する角度 (以下、アプローチ角) は 5° とした。

“成形パス XY 方向 1”は、前述の成形パス YZ 方向と同様、工具を成形材料に沿うように進入させるパスであるが、送り方向通常の楕円

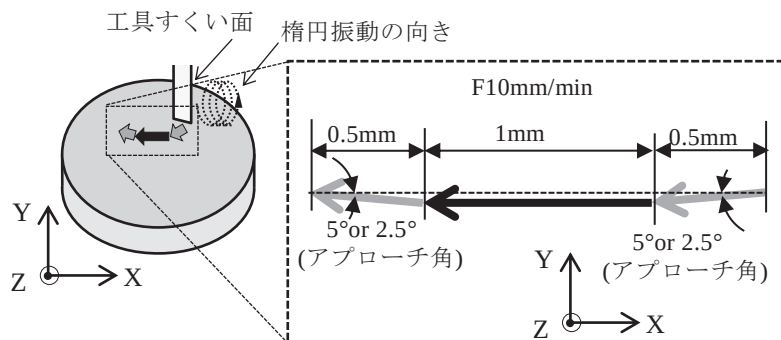
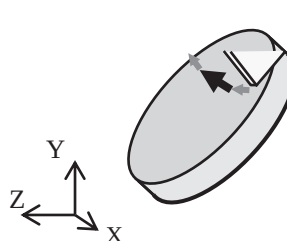
成形パス Y 方向



成形パス YZ 方向



成形パス XY 方向 1



成形パス XY 方向 2

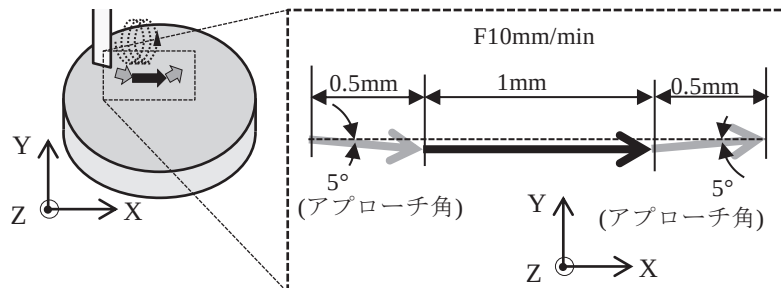
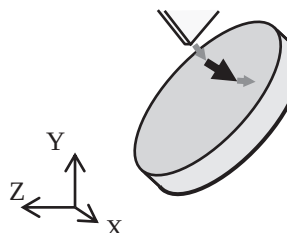


図 3 成形パス

表 1 実験条件

実験 No.	工具 開き角, deg	成形材料 設置角, deg	加工液	成形材料	成形パス 図 3 参照	アプロ ーチ角, deg	送り 速度, mm/min	1 パスあた りの切込み 深さ, μm	
1	90	30	-	バインダレス 超硬合金	Y 方向	-	1	0.017	
2			ミスト	バナジウム					
3			-	バインダレス 超硬合金	YZ 方向	5	10	0.043	
4				超硬合金					
5	60	45	ミスト	超硬合金	XY 方向 1			2.5	0.035
6				超硬合金					
7				バインダレス 超硬合金	XY 方向 2	5			
8				超硬合金					
9									

振動切削とは逆のパスである。これは、楕円振動軌跡と本成形パスの相対運動がダウンカットになるようなパスの方向である。アプローチ角は 5° 又は 2.5° とした。

“成形パス XY 方向 2” は、前述の成形パス XY 方向 1 とは送り方向が逆のパスである。楕円振動を切削加工に用いるときに使用するパスと同じ向きである。アプローチ角は 5° とした。

4 通りのいずれの成形パスにおいても、過大な加工抵抗による工具刃先チッピングを防止するため、スパークアウト（ゼロカット）を繰り返し、加工抵抗が 0.2N を下回ってから次の切込みを入れることとした。

2.3 実験条件

本研究の実験条件を表 1 に示す。工具開き角、成形材料設置角、加工液、成形材料、成形パス、アプローチ角、送り速度、1 パスあたりの切込み深さを変化させて実験を行った。成形後の工具刃先を環境制御型電子顕微鏡（FEI 社製 Quanta400）で観察した。

3 実験結果および考察

表 2 に成形結果を、図 4 に成形後の工具刃先の電子顕微鏡画像を示す。チッピングが確認されなかったのは実験 No.5 のみであり、このときの条件はそれぞれ工具開き角が 90° 、成形材料がバインダレス超硬合金、成形パスが XY 方向 1 であった。一方で、工具開き角 60° 、成形材料設置角 45° の各条件でチッピングが確認された。実験 No.6, 7 では工具の成形材料に接触させた側が成形に成功しても、反対側にチッピングが発生する傾向がみられた。

本研究では工具開き角 60° の条件のいずれの条件でもチッピングが発生している一方、筆

表 2 成形結果

実験 No.	成形結果
1	刃先に微細な凹凸
2	
3	成形されず
4	刃先とすくい面にチッピング発生
5	成形成功
6	成形した刃先と反対側にチッピング発生
7	
8	刃先先端にチッピング発生
9	

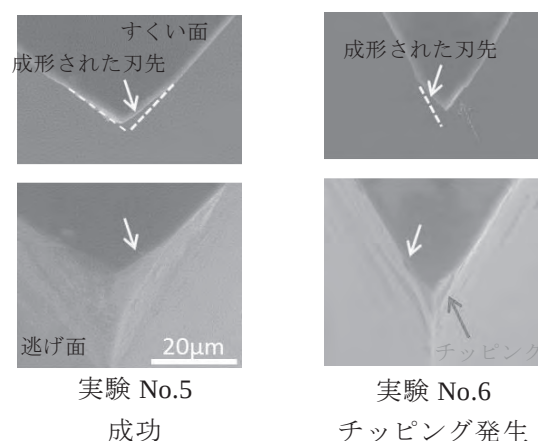


図 4 成形後の工具刃先電子顕微鏡画像

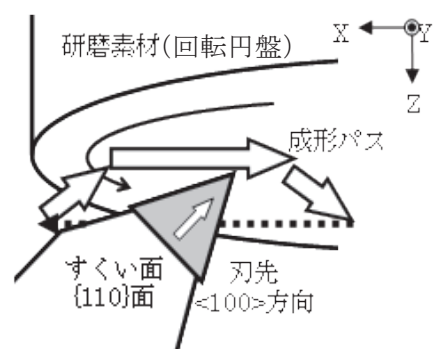


図 5 回転円盤を用いた機上成形における工具と研磨素材の位置関係、工具結晶方位及び成形パス¹⁾ (座標系は本研究とは異なる)

者らの過去の研究¹⁾において、工具開き角 60° 及び結晶方位が同じ条件下で、図5に示す回転円盤を用いた機上成形を行った場合、チップングが発生しない条件が見出されている。図6は、ダイヤモンドの耐摩耗性の異方性²⁾、結晶の向き、へき開面、及び工具開き角 60° のすくい面を示したものである。図中の矢印が長いほど、その向きで摩耗が進展しやすいことを示す³⁾。また、へき開面に沿って力を受けたとき、クラック(割れ)が生じやすいことが知られている。同じ加工パスであっても、回転円盤を用いた機上成形と楕円振動を活用した機上成形では、工具刃先が成形材料から受ける加工抵抗の向きが異なる。楕円振動の場合、加工抵抗の向き、例えば楕円振動特有の切りくずすくい上げ動作等がダイヤモンドのへき開面に沿う向きになったとき、チップングが生じやすくなると推測される。この考察に関し、それぞれの機上成形を実施しているときの加工抵抗の向きを測定することよりの検証可能と考えられる。

4 結 言

本研究で得られた知見は以下のとおり。

- 1) チップングが確認されなかったのは実験 No.5 のみであり、このときの条件はそれぞれ工具開き角が 90° 、成形材料がバインドレス超硬合金、成形パスが XY 方向 1 であっ

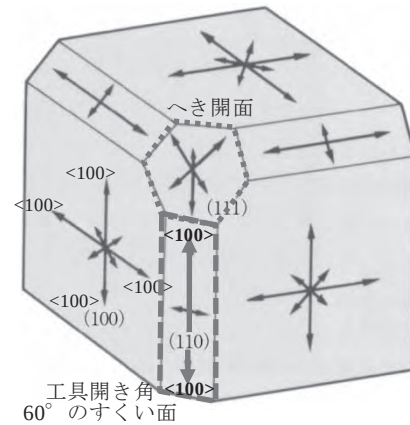


図6 ダイヤモンドの耐摩耗性の異方性²⁾，他
た。

- 2) チップングが発生する原因として、楕円振動を活用した機上成形の場合、加工抵抗の向きがダイヤモンドのへき開面に沿う向きになるためと推測される。

文 献

- 1) 小林庸幸，一刀弘真，齊藤寛史：山形県工業技術センター報告，No.43(2011)1
- 2) E.M. Wilks and J. Wilks : Dia Review, **26**, 303 (1966) 52.
- 3) 戸倉和「はじめての精密工学 ダイヤモンド-性質・合成・加工・応用-」精密工学会誌, **78**, 3(2012)

クローラーロボット制御システムの開発

高野秀昭

Development of Crawler Robot Control System

Hideaki TAKANO

1 はじめに

近年、さまざまなモノをネットワークにつなぎ、そこで得られたデータを活用する「IoT(Internet of Things)」や、そのデータを高度に解析、活用する「AI」技術に注目が集まっている。また、少子高齢化による人手不足などの課題対策のため、ロボットの活用も注目されており、産業用やサービスロボットなども普及の加速が見込まれている。こうした技術は単独ではなく、互いに連携し繋がった一つのシステムとして活用されていくことが想定される。そのためには、データ収集・解析・制御をシームレスに行うシステム構築技術が必要となる。そこで、本研修ではロボットに搭載した複数のセンサーによる情報の収集、ネットワークサーバーを介した情報処理、処理結果に応じたフィードバックを行うロボット制御システムの構築を行った。ロボットにはクローラー型ロボットを使用し、ロボットの姿勢認識、位置推定、動作制御を行うシステムを構築し、姿勢認識、位置推定の精度について検証を実施した。

2 開発システム構成

2.1 ネットワーク構成

本システムのネットワーク構成を図1に示す。制御用PC、サーバー、ロボットをWi-Fiで接続し、ロボットからのセンサーデータの通知及び、PCからの動作指示をサーバー経由で行う構成となる。ネットワーク通信プロトコルには「MQTT(Message Queuing Telemetry Transport)」を利用した。MQTTは一般的なHTTPなどのネットワーク通信プロトコルと比較して、軽量であり、双方向通信やブロードキャスト通信が可能であるといった特徴がある。そのため、大量のセンサー等を扱うIoTの分野で利用されることが多い通信であり、ロボットとIoTシステムと

の連携性の向上を図った。MQTTサーバーには、汎用の組込みボードを利用している。

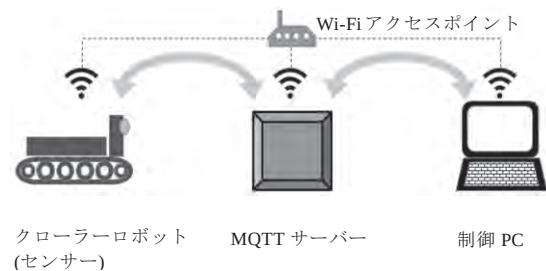


図1 ネットワーク構成

2.2 クローラー型ロボット

クローラー型ロボットに、ジャイロ、加速度、コンパス、距離の各センサー、単眼カメラ及び、Wi-Fi無線デバイスを取り付けた。ロボットの移動は2個のDCモーターで行い、単眼カメラの撮影方向についてはサーボモーターを用いて微調整するようにした。ロボットに搭載したマイコンは要求に応じて各センサー等の情報を取得し、Wi-Fiデバイスを介して制御用PCへデータを送信する。また、制御用PCからの制御指示を受信し、モーターをコントロールしてロボットの移動を行う機能を持たせた。

2.3 制御PC

制御PCには、ロボットから受信したデータの解析とロボットの動作制御を行うためのアプリケーションを実装した。このアプリケーションは、ロボットに搭載した4つのセンサーから得た情報を解析し、ピッチ角、ロール角、ヨー角の姿勢と移動距離を推定し表示を行う。ロボットの動作制御は、ユーザーが直接操作を行うマニュアル走行モードと、情報を元に自動で走行する自動走行モードを用意した。自動走行モードは、あらかじめユーザーが指定した座標位置へ自動で移動する方式とした。移動経路上に存在する障害物に対しては、カメラからの画像を元に検出するようにした。

3 検証結果および考察

3.1 ピッチ角, ロール角及びヨー角の推定結果

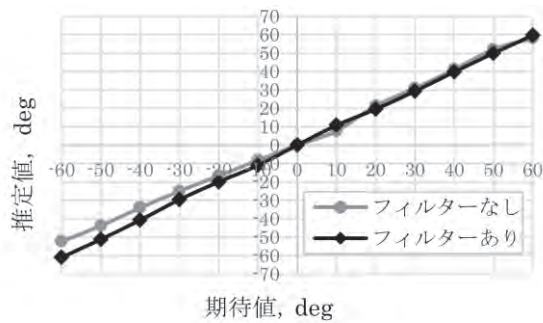


図2 ピッチ角推定結果

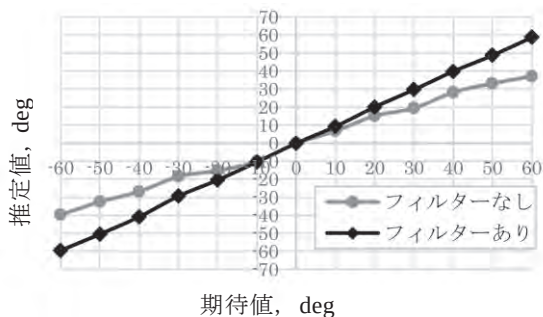


図3 ロール角推定結果

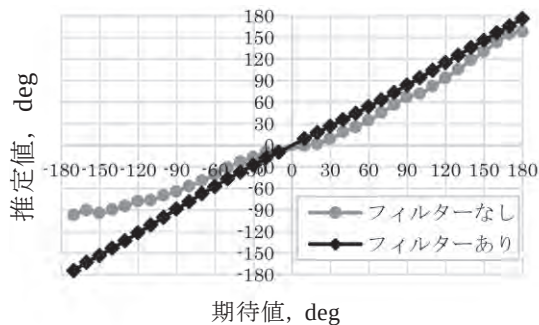


図4 ヨー角推定結果

ジャイロセンサーと加速度センサーを利用したピッチ角及びロール角の推定精度を検証した。ピッチ角の測定結果を図2に、ロール角の測定結果を図3に示す。加速度及びジャイロの各センサー単独では、期待値に対して誤差が大きい結果となったため、双方のデータを利用したカルマンフィルター、相補フィルター処理を行うことで $\pm 1^\circ$ 程度の精度で推定することができた。ヨー角については、ジャイロセンサーとコンパスセンサーを利用して推定を行った。こ

らも両センサーの情報を合わせた形でフィルター処理を行うことで精度が向上し、 $\pm 6^\circ$ での推定が可能となった(図4)。

3.2 移動距離の推定結果

加速度センサー及び、距離センサーを利用した移動距離の推定精度についても検証を行った。センサー情報より、速度を計算し、速度の積分により移動距離を求める方法とした。また、センサー情報に移動平均フィルター及び、相補フィルター処理を行うことで、精度の向上を図っている。フィルター処理の結果、200cmの移動に対して ± 5 cm程度の誤差での推定が可能であった(図5)。高さ方向の移動については、30cmの移動に対して ± 1 cmの推定誤差となった(図6)。

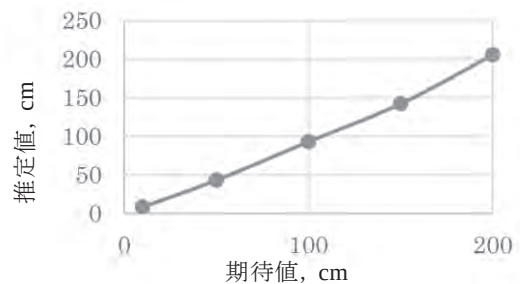


図5 移動距離推定結果

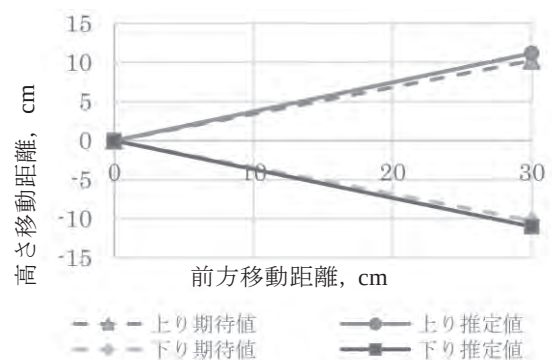


図6 高さ移動推定結果

3.3 特徴点マッチングによるカメラ画像物体認識の検討

ロボットを自動走行させる場合、移動方向前方の障害物を確認し、停止又は回避などの制御をする必要がある。そこで、カメラ画像の特徴点を抽出して、あらかじめ記憶していた画像との比較から障害物を検出する方法を検証した。特

微点抽出アルゴリズムは複数知られているが、6種類のアルゴリズムについて認識精度と処理時間を比較した。各アルゴリズムの比較には、jpegフォーマットで 320×240 サイズの画像を使用した。今回確認した画像サンプルでは、表 1 に示すように SIFT アルゴリズムが一番認識の確度が高く、処理速度とのバランスも良好な結果となった。対象物の認識画像例を図 7 に示す。

表1 アルゴリズム毎の検出結果

アルゴリズム名	検出時間(ms)	検出確度
SIFT	98.8	◎
SURF	225.7	○
ORB	17.9	○
AKAZE	84.6	○
BRISK	5.0	×
KAZE	489.6	○

◎：形状を正確に認識し障害物として判定可能

○：一部形状の誤認識があるが障害物として判定可能

×：障害物として判定不可

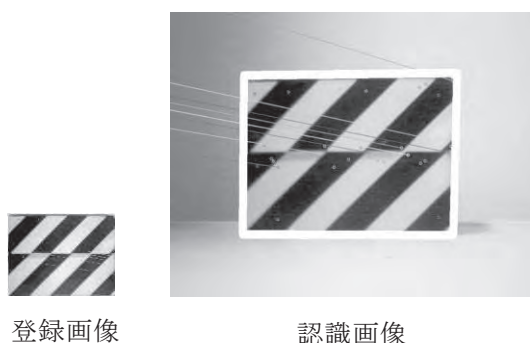


図 7 特徴点認識画像例

4 まとめ

本研修を通じて、クローラーロボットの制御システムを構築し、データ収集・解析・制御をシームレスに行うシステムについての知見を得ることができた。また、ロボットから得られる各センサーデータとカメラから得られる画像データの解析についても検証し、精度や実行時間に関する知見を得ることができた。

本システムでは、MQTT プロトコルの利用を試みたが、MQTT の双方向通信、ブロードキャスト通信といった特徴は、ロボットの制御に対しても大変有効な通信であることが分かった。さらには、ロボット以外にもネットワークを利用した遠隔操作、自動制御システムなど様々な制御機器への応用が可能であると考ええる。

文 献

- 1) International Business Machines Corporation (IBM), Eurotech : MQTT V3.1 プロトコル仕様

インクジェット印刷によるフレキシブル基板への配線形成

矢作徹 村山裕紀 阿部泰 村上穰 加藤睦人 渡部善幸

Metal Lines on Flexible Substrates using Inkjet-printing Technology

Toru YAHAGI Hiroki MURAYAMA Yutaka ABE Yutaka MURAKAMI
Mutsuto KATOH Yoshiyuki WATANABE

1 緒 言

近年、医療や IoT 分野においてヘルスケアセンサやウェアラブルセンサへの関心が高まっている。例えば、皮膚に張り付けて健康状態を測定するセンサ、人の動きや呼吸を検知するセンサ、使い捨て可能な血液分析センサ等種々のセンサデバイスが開発されている。これらのセンサは体に密着できるようにフレキシブルな基板上に形成される場合が多く、様々な作製方法が検討されている。中でも印刷を用いた電子デバイス作製技術であるプリンテッドエレクトロニクスは従来の半導体プロセスに比べて工程が少なく、フレキシブルな材料にも適用可能であるため、将来の有用な製造技術として期待されている^{1,2)}。これまで多くの企業、大学、研究機関においてプリンテッドエレクトロニクスに関する研究開発が進められており、当センターにも関連する技術相談が寄せられている。印刷方法には、孔版印刷であるスクリーン印刷、凸版印刷であるフレキソ印刷、凹版印刷であるグラビア印刷、版が不要なインクジェット印刷など多くの種類があり、製造コスト、生産性、パターン精度等の観点から目的に応じて使い分けられている。中でもインクジェット印刷は、生産性が低いものの、印刷用の版が不要であるため、多くの試行錯誤が必要な初期の研究開発において有用であると考えられる。われわれは、H27 年度よりインクジェット塗布装置を用いて、ヘルスケアセンサを指向したプリンテッドエレクトロニクスの研究開発に取り組んできた。本研究では、インクジェット印刷を用いたフレキシブル樹脂基板上への配線形成技術の検討、及びその特性評価を行ったので報告する。

2 実験方法

2.1 インクジェット塗布条件の検討

図 1 に使用したインクジェット塗布装置 (DMP-2831, 富士フイルムグローバルグラフィックシステムズ(株)) を示す。本装置は公益財団法人 JKA の補助事業により導入した。この装置はカートリッジを交換することにより様々なインクを用いた印刷が可能である。吐出インクの単位液滴量は 1pL または 10pL であり、適正なインク粘度は 10mPa・s である。印刷パターンは CAD で作製し、吐出する液滴の間隔を設定した bitmap に変換して印刷を行う。図 2 にインク吐出機構を示す。本装置はピエゾ素子を用いており、印加電圧を設定することでインクの吐出条



図 1 インクジェット塗布装置

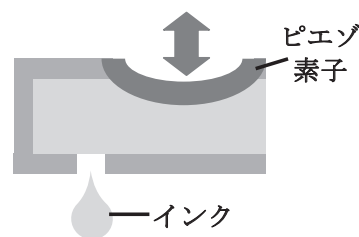


図 2 インク吐出機構

【平成 27～29 年度 医療ものづくり技術開発事業 ヘルスケアセンサ向け非真空ビルドアップ MEMS プロセスの開発】

件を制御することができる。形状精度よく印刷するためには、基板上における液滴の形状や濡れ性を把握することが重要である。本研究では印加電圧、及び基板の O_2 プラズマ処理時間を変えて液滴を吐出し、基板上の液滴形状を評価した。インクは Ag ナノインク (NPS-JL, ハリマ化成(株))、カートリッジは 1pL 用、樹脂基板は PET(コスモシャイン A4100, 東洋紡(株))を用いた。印刷後は $120^{\circ}C$ で基板を加熱し、Ag インクを焼結した。

2.2 配線形成

配線形成するにあたり、CAD パターンと印刷配線の幅の誤差を評価した。インクは Ag ナノインク、カートリッジは 10pL 用、基板には石英ガラスを用いた。得られた塗布条件により参考に樹脂基板上に Ag 配線を形成し、配線幅を測定した。次に、Ag インクと絶縁物による積層構造を形成し、SEM(JSM-7900F, 日本電子(株))による断面観察を行った。絶縁物にはフォトレジスト(AZP1350-4.2cp, AZ エレクトロニックマテリアルズマニュファクチャリング(株))を用いた。配線形成した樹脂基板についてテープ剥離試験(JIS Z1522 適合 セロテープ CT-405AP, ニチバン(株))、及び繰返し曲げ試験(卓上型耐久試験器, ユアサシステム(株))を行い、密着性を評価した。

2.3 特性評価

センサデバイスへの応用のため、配線形成したフレキシブル基板の特性について評価した。基板を加熱し、配線の抵抗変化を測定した。次に、印刷後の経過時間に伴う抵抗変化率を測定した。さらに、ヘルスケアセンサ等で検出される体温、発汗、脈拍、筋電位について、信号出力の確認を行った。体温については、前述した基板加熱による配線抵抗変化を参考にした。発汗については、生理食塩水を滴下し、配線の抵抗変化を測定した。脈拍については、配線印刷した圧電フィルム(PVDF)(KF ピエゾフィルム, (株)クレハトレーディング)を手首付近に張り付け、発生する電位差を検出した。筋電位については、電極を印刷したフィルムを 2 枚腕に張り付け、筋肉を弛緩・収縮させることで変化する両者の電位差を測定した。

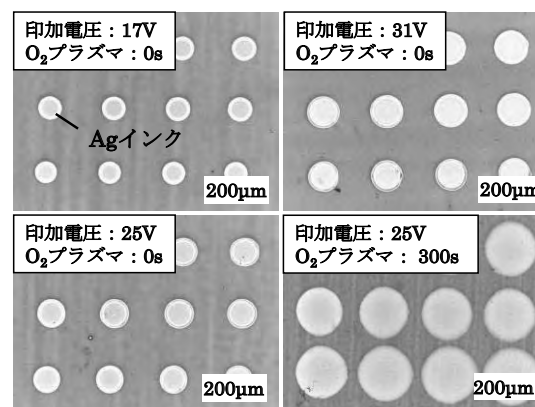


図 3 塗布条件を変えた場合の液滴形状

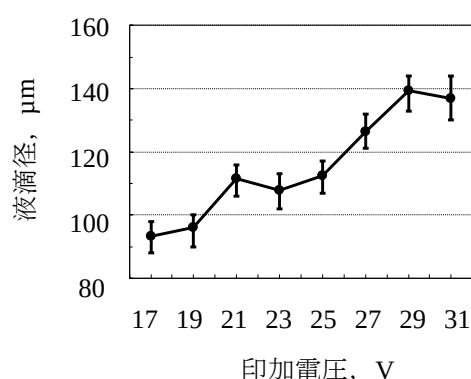


図 4 ピエゾ素子への印加電圧と液滴径

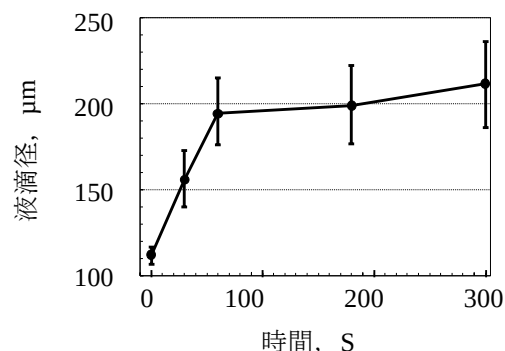


図 5 O_2 プラズマ処理時間と液滴径

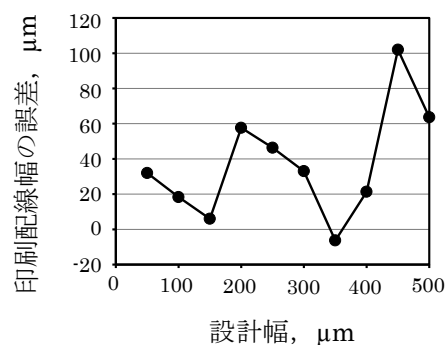


図 6 設計幅と印刷配線幅の誤差

3 実験結果および考察

3.1 インクジェット塗布条件の検討結果

図3に塗布条件を変えた場合の液滴形状を示す。印加電圧、及び基板の酸素プラズマ処理時間を変えることで液滴径が変化することを確認した。図4にピエゾ素子への印加電圧と液滴径の関係を示す。印加電圧を大きくするほど、液滴径が大きくなる傾向が見られた。これはインクの吐出速度が大きくなるためと考えられる。図5に基板の O_2 プラズマ処理時間と液滴径の関係を示す。プラズマ処理時間が長いほど液滴径が大きくなる傾向が見られた。これは基板表面の濡れ性の向上によるものと考えられる。

3.2 配線形成及び密着性の評価結果

図6にCADパタンの配線設計幅と実際の印刷配線幅の誤差を示す。設計幅に対して周期的に印刷配線幅の誤差が大きくなる傾向が見られた。これはbitmapで設定した液滴間隔と実際の印刷パターン幅のずれの大きさに起因するものと考えられる。以上より精度よく配線パターンを形成するためには、適切な液滴間隔の設定が重要であることを確認した。図7に樹脂基板上に印刷したAg配線の外観を示す。酸素プラズマで180s処理したPET基板に対して、液滴間隔60 μ m、線幅500 μ m狙いで印刷したところ、幅が495~507 μ mとなり、精度よくパターン形成できることを確認した。図8にインクジェット印刷で作製したAgインク及び絶縁物の積層構造を示す。Agインク(下)、絶縁物、Agインク(上)の積層構造をインクジェット印刷で形成した。Agインク(下)に対する被覆性を向上させるため、絶縁物は印刷を5回繰り返す、Agインク(上)は2回繰り返した。上面と下面電極の導通を確認したところ、絶縁物により電極間の絶縁が維持されていた。以上よりインクジェット印刷を用いて、電極上に感応膜を有するセンサ構造や、容量型のセンサ構造を形成できることを確認した。図9にテープ剥離試験結果を示す。試験の前後で樹脂基板からのAg配線の剥離は観察されなかった。図10に配線形成した樹脂基板の繰返し曲げ試験のイメージ及び結果を示す。曲げ試験を1,000回行ったところ、配線の剥離はみられず、SEM観察においても同様であった。以上より樹脂基板上のAg配線は良好な密着性であった。

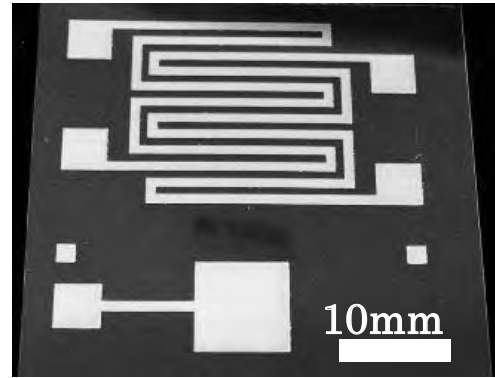


図7 樹脂基板上に印刷したAg配線

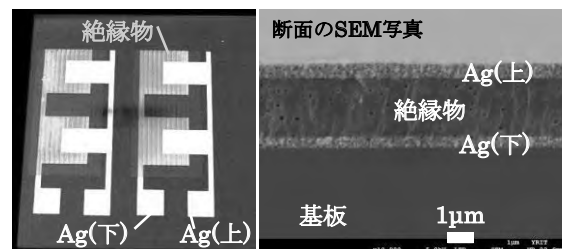


図8 Agインク及び絶縁物の積層構造

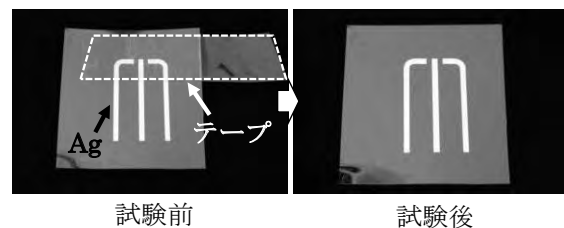


図9 テープ剥離試験結果

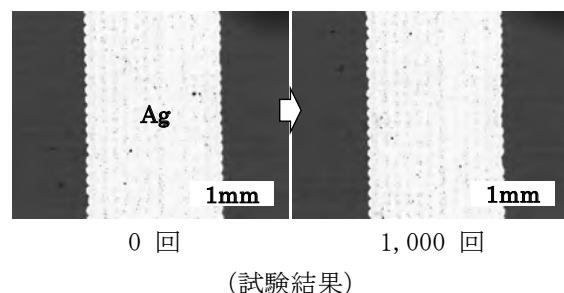
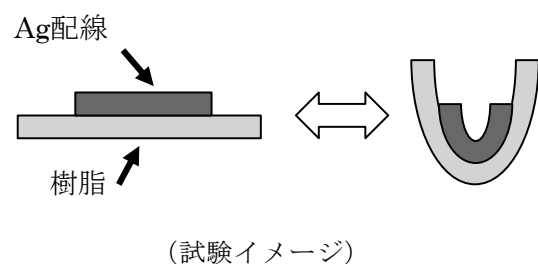


図10 繰返し曲げ試験のイメージ及び結果

3.3 配線の特性評価結果

図 11 に配線形成した樹脂基板をホットプレート上で加熱した場合における加熱温度及び配線抵抗を示す。配線抵抗は加熱温度に対して直線的に変化し、樹脂基板上の金属配線をフレキシブルな温度センサとして活用できる可能性が示された。図 12 に印刷後の経過時間及び抵抗変化率の関係を示す。時間の経過とともに抵抗変化率が増加した。これは電極表面の酸化に起因するものと考えられる。ヘルスケアセンサへの応用を目指し、体温、発汗、心拍、筋電位について信号出力を確認した。温度変化については前述の通りである。発汗については、配線上に疑似的な汗として生理食塩水を滴下し、抵抗値変化を測定した。図 13 に生理食塩水による抵抗変化を示す。生理食塩水の滴下前後で配線抵抗値が 684Ω から 162Ω と小さくなった。これは電解質である生理食塩水により配線が短絡したためと考えられる。脈拍については、圧電フィルムの表裏に電極パタン及び配線を形成した後、手首付近に密着させ、拍動による変位で樹脂の表裏に発生する電位差を検出した。図 14 に脈拍検出の結果を示す。拍動に対応した数 mV の電位差を検出し、脈拍を検出できることを確認した。筋電位については、電極を印刷したフィルム 2 枚を腕に張り付け、筋肉を弛緩・収縮させることで変化する両者の電位差を測定した。手の平を握りしめたり、開いたりすることで、腕の筋肉が弛緩と収縮を繰り返し、 $20\sim 30\text{mV}$ の電位差が発生することを確認した。なお、肌への密着性が不十分であったためか、出力は不安定であった。以上より体温、発汗、脈拍、筋電位について信号が検出できることを確認し、図 15 に示すような集積型ヘルスケアセンサへの応用の可能性が示された。なお、本研究で使用した樹脂基板上の配線デバイスは、水分への耐性が低く、生理食塩水の滴下試験後や、水中への浸漬において、配線が基板から剥離する現象がみられた。これは Ag インクの特性に起因するものと考えられる。そこで電極表面を樹脂フィルムで保護したところ、水中浸漬においても配線は剥離しなかった。さらに表面の酸化も抑制され、経過時間ともなう配線抵抗変化率が小さくなった。以上の結果より、実際のセンサデバイス作製においては、電極表面の保

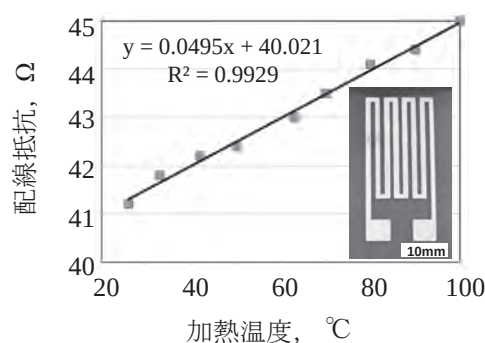


図 11 加熱温度及び配線抵抗

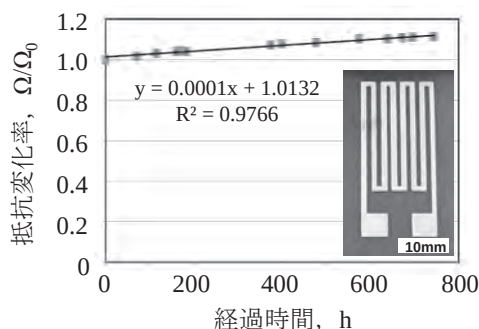


図 12 経過時間及び抵抗変化率

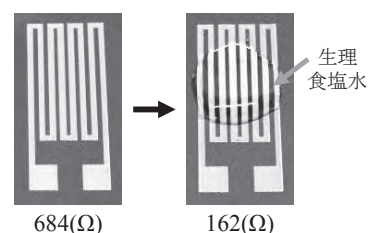


図 13 生理食塩水滴下による抵抗変化

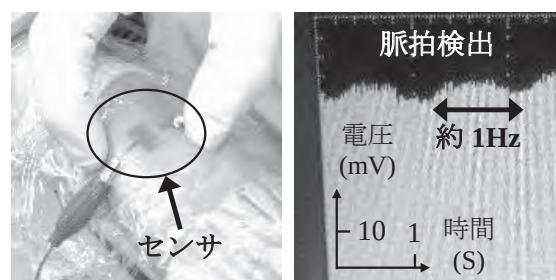


図 14 圧電フィルムを用いた脈拍検出

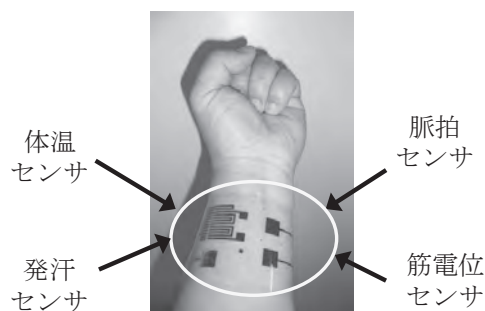


図 15 集積型ヘルスケアセンサのイメージ

護によるセンサ耐久性の向上, ドリフトやノイズ除去といった課題解決が必要であると考えられる。

4 結 言

- 1) インクジェット塗布条件について検討し, 樹脂基板上に, 設計値に対して誤差 $10\mu\text{m}$ 以下で精度よく配線パターンを印刷した。
- 2) インクジェット印刷を用いてセンサデバイスに応用可能な Ag-絶縁膜-Ag の積層構造を形成した。
- 3) テープ剥離試験及び 1,000 回の繰返し曲げ試験により配線密着性を評価し, 良好な密着性を確認した。
- 4) $30\sim 100^{\circ}\text{C}$ の基板加熱に対して配線抵抗が直線的に変化し, フレキシブル温度センサとして活用できる可能性を示した。

- 5) 加熱温度に対する抵抗変化, 生理食塩水の滴下に対する抵抗変化, 圧電フィルム上に形成した電極の数 mV の電位変化, 筋肉の収縮に起因する $20\sim 30\text{mV}$ の電位変化より, 体温, 発汗, 脈拍, 筋電位といった集積型ヘルスケアセンサへの応用の可能性を示した。

謝 辞

本事業の推進にあたりご指導, ご協力いただいた国立研究開発法人産業技術総合研究所フレキシブルエレクトロニクス研究センター牛島洋史氏, および研究室の皆様に深謝します。

文 献

- 1) K.Nomura, et al.; J.Micromech.Microeng. **24** (2014)095021
- 2) Y.Kusaka, et al.; J.Micromech.Microeng. **25** (2015)055022

パワーデバイスにおける過電流検知用 TSV 構造

MEMS ロゴスキーコイル

渡部善幸 矢作徹 阿部泰 村山裕紀
九里伸治* 吉田賢一* 指田和之* 新井大輔* 池田克弥*

MEMS Rogowski Coil with TSV Structure for Overcurrent Detection in Power Device

Yoshiyuki WATANABE Toru YAHAGI Yutaka ABE Hiroki MURAYAMA
Shinji KUNORI* Kenichi YOSHIDA* Kazuyuki SASHIDA* Daisuke ARAI* Katsuya IKEDA*

We have fabricated a MEMS Rogowski coil with TSV structure for over current detection in power device. The device size is $10 \times 10 \times 0.3 \text{ mm}^3$, the number of turns of the coil is 137 turns, and the via diameter is $100 \mu\text{m}$. In the type that allows current through the silicon substrate, the electromotive force was not stabilized and the current could not be detected. In the type in which a current flows through the center penetrating part, the electromotive force was stable. When the slew rate (di / dt) was kept constant at $10 \text{ A} / \mu\text{s}$, and the current was changed by 5 A at most up to 40 A , MEMS Rogowski coil could detect current linearly. When the slew rate was changed by $10 \text{ A} / \mu\text{s}$ at most up to $100 \text{ A} / \mu\text{s}$, it was found that the MEMS Rogowski coil could detect current almost linearly following the reference sensor.

1 緒 言

太陽光発電や電気自動車充電ステーション等に用いられる産業用パワーコンディショナは、内陸地域や沿岸地域、砂漠地帯から極寒地域まで、世界各地の様々な温度、湿度、塩害雰囲気等の環境で用いられている。このような過酷な環境で長期間使用される場合、パワーコンディショナ内のインバータやコンバータに使われているパワーSi-MOSFET、Si-IGBTの過電流による故障が想定される。このような異常が発生した場合には、火災や感電などの事故防止、エネルギーロス防止のため、早急な異常検知、復旧が必要である。すでに実用化されている電流センサは、CT (Current Transformer) 型や、ホール CT 型 (ホール素子+CT)、フラックスゲート型、シャント抵抗型などがあり、目的にあった仕様、方式が用いられている¹⁾。太陽光発電や電気自動車に用いられる数 100 A の大電流検出では、ホール素子型電流センサ^{2), 3)}、磁気飽和型電流センサ^{4), 5)}などが開発されている。こ

れらは構造や制御、調整が複雑であり、磁性材料を用いる場合はプロセスの都合上シリコン系パワーデバイスへの集積化は適用困難である。ロゴスキーコイル型電流センサは、磁性材料を必要とせず、磁気飽和がないため大電流が検出可能であり、ループ形状電流センサなどが実用化されている。小型ロゴスキーコイル型電流センサとしては、プリント基板などに via を形成し、めっきやはんだで配線したものなどが報告されており、良好な特性が得られている^{6)~10)}。

本研究では、パワーデバイスごとの過電流検知、およびシリコン系パワーデバイスへの集積化を目指し、TSV (Through -Silicon -Via)¹¹⁾構造の微分検出型 MEMS ロゴスキーコイルの作製、および基本電流特性評価を行った。

2 ロゴスキーコイルの構造と動作原理

デバイスの構造を Fig.1 に示す。中央部は、パワーSi-MOSFETやSi-IGBTなどの上下方向の電流制御を行うパワーデバイスを想定し、これを取り

【平成 29 年度 山形県ものづくり企業技術開発支援共同研究事業】

* 新電元工業株式会社

囲むようにデバイスエッジに沿って、上面配線－TSV 内配線－下面配線が旋回する構造のログスキーコイルである。チップサイズが $10 \times 10 \times 0.3 \text{ mm}^3$ ，TSV 直径 $100 \mu\text{m}$ ，深さ $300 \mu\text{m}$ ，TSV 間中心距離 $250 \mu\text{m}$ で、137 ターンのコイルとした。ログスキーコイル型電流センサは、通常外部磁界キャンセル用の戻りコイルを形成するが、本研究では電流検知のみに注目し戻りコイルは形成していない。

電流検出の原理を Fig.2 に示す。デバイス中央部の導線下方に電流 i が流れたとき、中心から距離 r_j にある j 番目のコイル ($j: 1 \sim 137$) を貫く磁

束密度がコイル内で一定であると仮定すると、コイル中心から接線方向に発生する磁束密度 B_j は、ビオ・サバルの法則により以下となる。

$$B_j = \frac{\mu_{Si} i}{2\pi r_j} \quad (1)$$

ただし、

B_j : j 番目のコイルを貫く磁束密度

μ_{Si} : シリコンの透磁率

i : デバイス中央部の導線を流れる電流

r_j : 導線から j 番目のコイルまでの距離

j 番目のコイルに発生する誘導起電力 V_j は、ファラデーの法則により以下となる^{12)~14)}。

$$V_j = \frac{d\phi}{dt} = \frac{dB_j}{dt} S_j \cos \theta_j = \mu_{Si} \frac{S_j \cos \theta_j}{2\pi r_j} \frac{di}{dt} \quad (2)$$

ただし、

ϕ : j 番目のコイルを貫く磁束

S_j : j 番目のコイルが囲む面積

θ_j : j 番目のコイル面と、電流からコイルの中心を結んだ直線 (r_j) とがなす角度

したがって、ログスキーコイル全体の起電力 V はすべてのコイル起電力の総和として以下になる。

$$V = \sum_j V_j = \frac{di}{dt} \left[\mu_{Si} \left(\sum_j \frac{S_j \cos \theta_j}{2\pi r_j} \right) \right] \quad (3)$$

3 デバイスの作製

作製プロセスを Fig.3 に示す。

1. TSV 形成用のエッチングマスク（シリコン酸化膜 $1 \mu\text{m}$ 厚）を形成。
2. SiO_2 マスクを用いた DRIE により厚さ $300 \mu\text{m}$ の Si を貫通エッチング。
3. 熱酸化により表面および貫通 via 側壁表面にシリコン酸化膜 $1 \mu\text{m}$ 厚を形成。
4. めっき用のシード metal (Au/Cr) をスパッタ形成し、コイル形状にエッチング。
5. 塩化パラジウム、塩酸の混合液に浸漬しシー

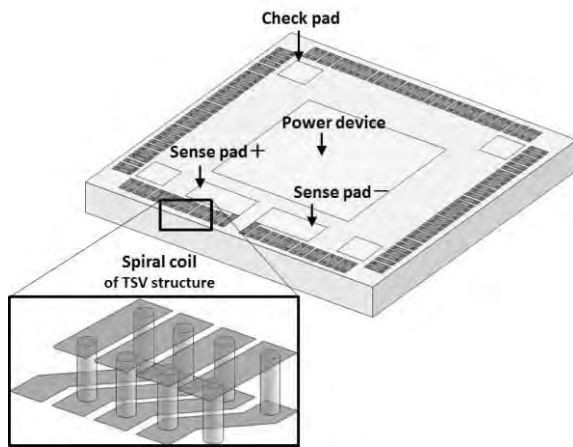


Fig. 1 Configuration of MEMS Rogowski coil.

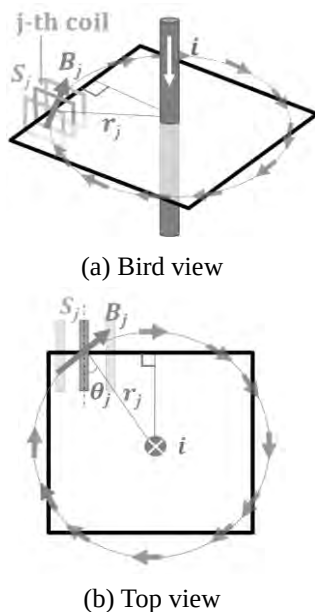


Fig. 2 Principle of current detection.

ド metal の触媒付与を行う。塩化ニッケルベースの無電解 Ni-P めっき液を用いシード metal 上のみ選択的に無電解 Ni-P めっきを形成。

作製した MEMS ロゴスキーコイルの写真を Fig.4 に示す。直径 2 インチの Si ウェハに 12 チップレイアウトし、ブレードダイシングによりチップ分割した。無電解 Ni-P めっきはおよそ $5\mu\text{m}$ の厚さである。TSV 断面の SEM 写真を Fig.5(a), X 線 CT 像を Fig.5(b)に示す。TSV 直径 $100\mu\text{m}$, 深さ (ウェハ厚さ) $300\mu\text{m}$ の側壁に沿って Ni-P めっきが断線することなく均一に形成されてある様子がわかる。

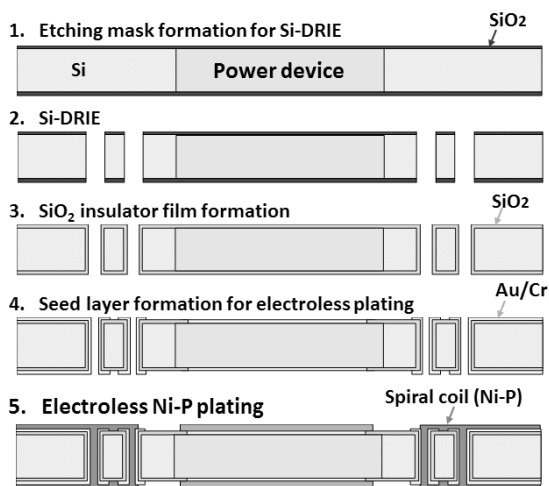


Fig. 3 Fabrication procedure of the device.

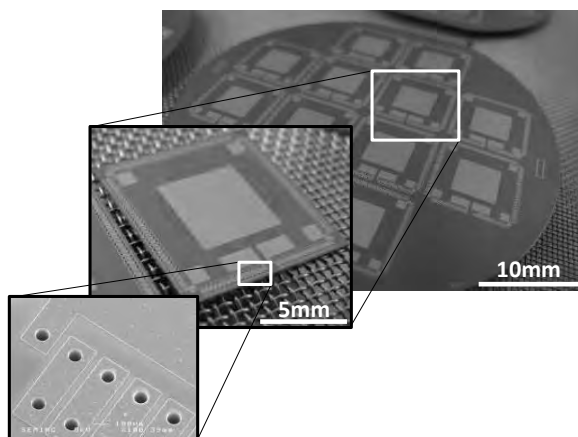
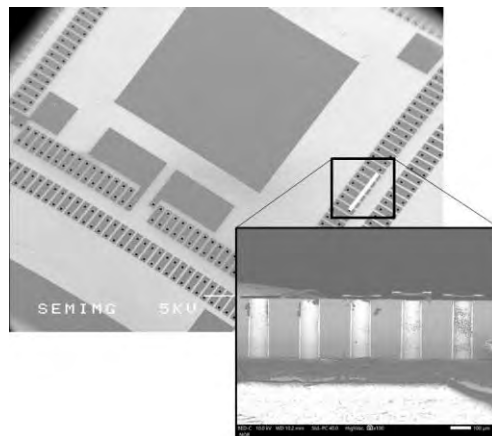
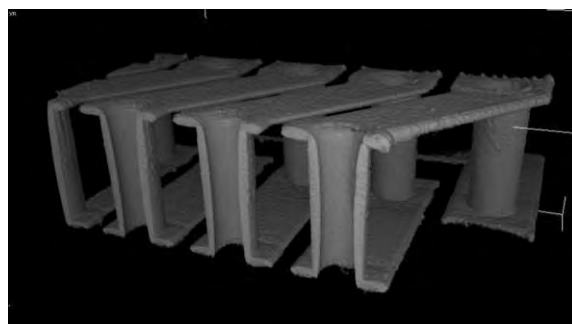


Fig. 4 Fabricated MEMS Rogowski coil.



(a) Cross section of TSV (SEM image)



(b) Cross section of TSV (X-ray CT)

Fig. 5 Electroless Ni-P plating film in the TSV.

4 特性評価

作製した MEMS ロゴスキーコイルのインピーダンス特性について、実測値および LR 直列回路としたときの計算値を Fig.6 に示す。DC から 1MHz 程度まではほぼフラットな特性で、以降はコイルのインダクタンスによるインピーダンスの増加および位相の変化が見られる。測定の結果、コイル抵抗 R が 33Ω , インダクタンス L が $2.9\mu\text{H}$ であり、実測値と計算値がよく一致していることから、この帯域ではほぼ LR 直列回路と見なすことができることがわかった。

MEMS ロゴスキーコイルの中央部をイオンミリングで貫通させた後、導線を通して電流検出特性を調べた。測定系を Fig.7 に示す。検出回路基板に固定したロゴスキーコイル中央に、立ち上がり時間 (di/dt) の異なる電流を印加し、市販の電流センサでピーク電流をモニタしながら、電流検出した。

検出信号の例を Fig.8(a)に示す。MEMS ロゴスキーコイルに発生する誘導起電力は、リセット信号により積分コンデンサで一旦放電させ、毎回 0V を基準としたパルス電流と同期した検出信号とした。MEMS ロゴスキーコイルに発生する電圧は微弱なピークであるが、増幅、積分することで、パルスのオン時間の領域でリファレンス電流センサと同様の出力が得られている様子がわかる。

電流検出特性評価として、電流の立ち上がりレートを一定とし、立ち上がり時間を変化させたときのピーク電流値の検出特性を調べた。式 (4)において $di/dt=10A/\mu s$ 一定とし、立ち上がり時間を Δt とすると、MEMS ロゴスキーコイルが示す誘導起電力の時間積分 V_{int} と、検出対象電流のピーク値 I_{peak} は、以下の比例関係となる。

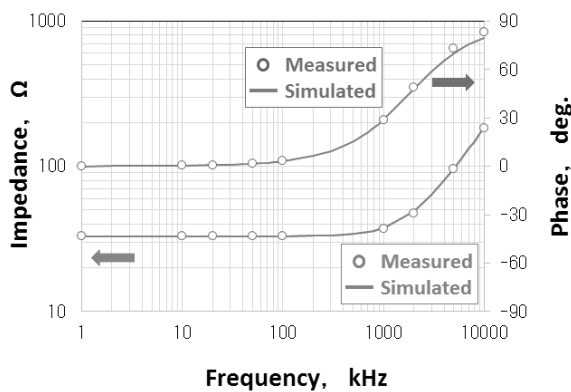


Fig. 6 Impedance characteristics of fabricated MEMS Rogowski coil.

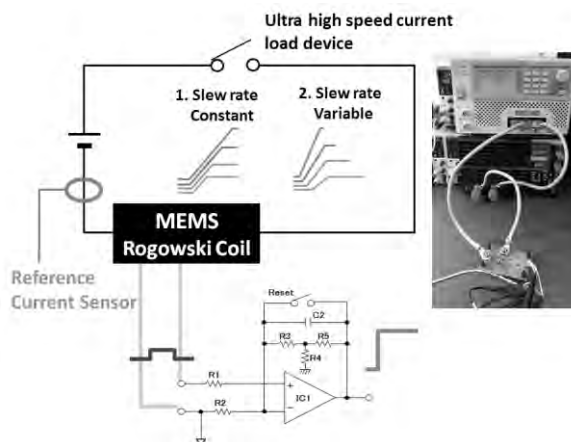
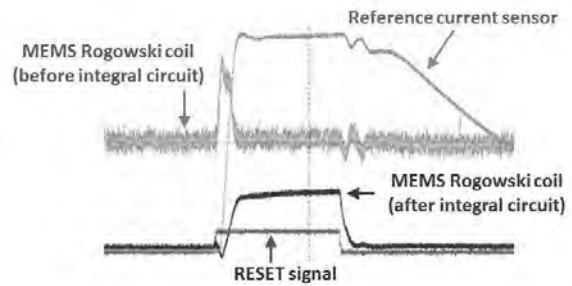
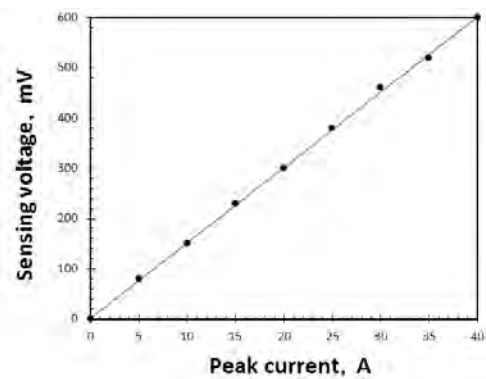


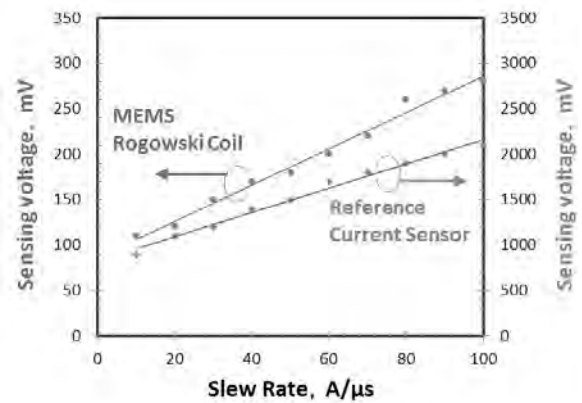
Fig. 7 Evaluation system of current detection.



(a) Example of detected waveform



(b) Evaluated results of constant slew rate ($di/dt: 10A/\mu s$ constant, Current: max 40A, 5A step)



(c) Evaluated results of variable slew rate ($di/dt: \text{max } 100A/\mu s, 10A/\mu s \text{ step}$)

Fig. 8 Current detection characteristics.

$$I_{peak} = \int di = \int dt \frac{di}{dt} = \frac{di}{dt} \int dt = \frac{di}{dt} \Delta t \quad (4)$$

$$\begin{aligned} V_{int} &= \int V dt = \int dt \frac{di}{dt} \left[\mu_{si} \left(\sum_j \frac{S_j \cos \theta_j}{2\pi r_j} \right) \right] \\ &= \Delta t \frac{di}{dt} \left[\mu_{si} \left(\sum_j \frac{S_j \cos \theta_j}{2\pi r_j} \right) \right] \\ &= I_{peak} \left[\mu_{si} \left(\sum_j \frac{S_j \cos \theta_j}{2\pi r_j} \right) \right] \end{aligned} \quad (5)$$

立ち上がり時間 Δt を $0.5\mu\text{s}$ から $4\mu\text{s}$ まで変化させ、 I_{peak} を 5A から 40A まで 5A きざみで測定し、上記の誘導起電力の時間積分と、ピーク電流値との線形性を確認した。結果は Fig.8(b)に示すとおり、良好な比例関係を示した。なお Fig.8(b)において縦軸は $V \cdot s$ の次元を持つべきであるが、Fig.7 の電流検出系に示すとおり、MEMS ロゴスキーコイル出力の時間積分は電圧出力であることから、縦軸は電圧の次元で示している。

次に、電流の立ち上がりレート di/dt を $10\text{A}/\mu\text{s}$ から $100\text{A}/\mu\text{s}$ まで $10\text{A}/\mu\text{s}$ きざみで変化させた場合について、誘導起電力の時間積分と、 $\Delta t=1\mu\text{s}$ 時点での電流値との線形性を確認した。この評価は、リファレンスセンサの電圧積分値と、MEMS ロゴスキーコイルに接続しているオペアンプの電圧積分値を比較することで行った。その結果、両者の積分値は Fig.8(c)に示すように良好な比例関係を示すことを確認した。

以上の結果から、パワーデバイスにおける過電流検知の可能性を示すことができた。

5 結 言

パワーデバイスにおける過大電流検出を目的とした TSV 構造の MEMS ロゴスキーコイル（電流センサ）を設計、試作した（ $10 \times 10 \times 0.3\text{mm}^3$ ）。

電流の立ち上がりレート（ di/dt ）を $10\text{A}/\mu\text{s}$ 一

定とし、最大電流 40A まで 5A ごとの電流を中央貫通部に印加したところ、良好な比例関係で電流検出できることを確認した。

また、電流の立ち上がりレート（ di/dt ）が最大 $100\text{A}/\mu\text{s}$ まで $10\text{A}/\mu\text{s}$ ごとの電流を中央貫通部に印加したところ、 di/dt に対して良好な比例関係で電流検出できることを確認した。

開発したロゴスキーコイルは、パワーデバイス周辺に、ある程度のエリアを占有すること、および TSV 形成や側壁保護、配線形成等のプロセスステップが増える点が課題であるが、コイルの高密度化による専有面積の低減、ロゴスキーコイルとパワーデバイス作製プロセスのある程度の共通化が可能と考えられる。

今後、上記の課題に向けたコイルの高密度化、低インピーダンス化、外部磁界影響除去のための戻りコイル形成を検討していく予定である。

文 献

- 1) 山岸君彦, 池田健太, 中沢宏紀: 磁気センサによる非接触高精度電流検出技術, 電気学会論文誌 E, 137, No.8, 2017, pp.223-238.
- 2) 柴崎一郎: 薄膜ホール素子の開発とセンサ応用, 電気学会論文誌, 119, No.8/9, 1999, pp.405-410.
- 3) 柴崎一郎: ホールセンサとその応用, 電気学会論文誌 E, 134, No.7, 2014, pp.186-192.
- 4) S. Nakagawa, K. Yabusaki, G. Kinoshita, : Magnetic configuration of current sensor using inductive magnetic detector, T. IEE Japan, 121-E, No.6, 2001, pp.302-307.
- 5) S. Nakagawa, K. Yabusaki, G. Kinoshita, : Development of a current sensor by using an inductive magnetic detector, T. IEE Japan, 121-E, No.1, 2001, pp.39-44.
- 6) Yadong Liu, Xiaolei Xie, Yue Hu, Yong Qian, Gehao Sheng and Xiuchen Jiang: A Novel Transient Fault Current Sensor Based on the PCB Rogowski Coil for Overhead Transmission Lines, Sensors 2016, 16, 2016, p.742.
- 7) E. S. Leland, P. K. Wright and R. M. White: A MEMS AC current sensor for residential and commercial electricity end-use monitoring, Journal of Micromechanics and Microengineering, 19, No.9.

- 8) Hao Bian, Chao Shan, Keyin Liu, Feng Chen, Qing Yang, Jiale Yong and Xun Hou: A miniaturized Rogowski current transducer with wide bandwidth and fast response, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 26, No.11.
- 9) 大村一郎, 古賀仁大, 附田正則: 「IGBT モジュール用超小型電流センサの開発: 高精度センサ構造の提案と専用設計環境の構築」, 電気学会研究会資料 (EDD-15-095), 2015, pp.47-52.
- 10) 下村直行, 長田正義, 秋山秀典: 自己積分型ロゴスキーコイルの共振特性, 電気学会論文誌 B, 114, No.1, 1994, pp.33-37.
- 11) J. P. Gambino, et al.: An overview of through-silicon-via technology and manufacturing challenges, *Microelectronic Engineering*, 135, 2015, pp.73-106.
- 12) 渡部善幸, 阿部泰, 岩松新之輔, 小林誠也, 高橋義行, 佐藤敏幸: 電磁駆動型 2 軸光走査 MEMS ミラー動作の磁界依存性, 電気学会論文誌 E, 130, No.4, 2010, pp.107-112.
- 13) Y. Watanabe, Y. Takahashi, Y. Abe, S. Iwamatsu, T. Yahagi, S. Kobayashi, S. Konno and T. Sato: Electromagnetically Dual-axis Driven MEMS Grating, and its Application to 3D profiling with Near Infrared Low Coherence Interferometry, *IEEJ Trans. SM*, 132, No.2, 2012, pp.31-36.
- 14) Y. Watanabe, S. Kobayashi, S. Iwamatsu, T. Yahagi, M. Sato, N. Oizumi: Motion Monitoring of MEMS Actuators with Electromagnetic Induction, *IEEJ Trans. SM*, 133, No.1, 2013, pp.26-30.

セルロースナノファイバーを用いたプリンタブル湿度センサの開発

村山裕紀 阿部泰 矢作徹 村上穰 加藤睦人 渡部善幸 加藤雅哉* 日比野秀昭*

Printable Humidity Sensor with Cellulose Nanofibers

Hiroki MURAYAMA Yutaka ABE Toru YAHAGI Yutaka MURAKAMI Mutsuto KATO
Yoshiyuki WATANABE Masaya KATO* Hideaki HIBINO*

1 緒 言

近年、IoT・ロボット・ヘルスケア・自動車・農業といった多くの産業分野において、湿度・温度・加速度などの各種センサの需要が増加している。また、センサへの要求は多様化しており、小型・低コストに加え、用途に応じて薄型・大面積・フレキシブル・使い捨て可能など、様々な性能が求められている。これらのニーズに対応するため、印刷を用いた電子デバイス作製技術（プリンテッドエレクトロニクス）への期待が高まっている¹⁾。

本研究では、フレキシ印刷への適用を想定したプリンタブル湿度センサの開発に取り組んだ。湿度センサは、櫛歯形状の電極の上に感湿膜を形成した構造（図 1）で、インピーダンスの変化により湿度を測定するセンサである。本報告では、感湿膜材料と電極形状を検討し、さらに印刷にて作製したセンサの特性を評価した。なお、本研究では、図 2 に示す市販湿度センサ（HR202L, AOSONG）のインピーダンス変化率を目標に、湿度 10%RH~90%RH の範囲でインピーダンス変化率 1000 倍以上を目指すこととした。

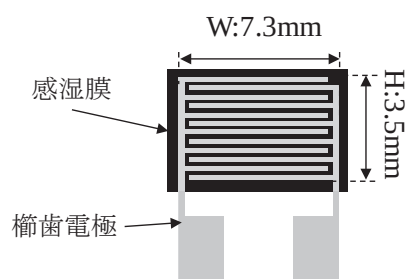


図 1 インピーダンス変化型湿度センサの形状

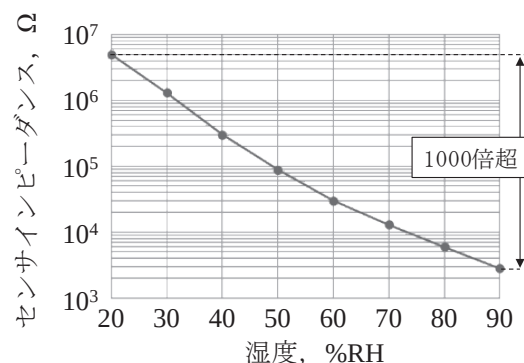


図 2 市販湿度センサのインピーダンス変化率

2 実験方法

2.1 感湿膜材料の検討

まず、感湿膜に用いる材料の検討には、吸湿性が見込めるフォトリソ（OMR, 東京応化工業（株））、ポリビニルアルコール（PVA）水溶液（アラビックヤマト, ヤマト（株））、セルロースナノファイバー（CNF）分散液（レオクリスタ®, 第一工業製薬（株））、多孔質フィルム（サンマップ®, 日東電工（株））、紙（アズピュアクリーンペーパー, アズワン（株））を用いた。検討の際には、MEMS プロセスにより石英基板上に電極線幅 270 μ m, 線間距離 130 μ m, 電極本数 10 本の構造を持つ櫛歯状の金電極を作製し、その上にスピコートにて各材料の溶液を塗布し感湿膜を形成してセンサとした。センサは、図 1 に示すサイズ（目標とする市販センサと同等）とした。ただし、多孔質フィルムと紙については、溶液化が困難だったため、インクジェット塗布装置（DMP-2831, 富士フィルムグローバルグラフィックシステムズ（株））にて、材料上に同形状の櫛歯電極を形成しセンサ

とした。各材料は、恒温恒湿層内にて湿度を 10%RH~90%RH まで変化させた際のセンサインピーダンスを LCR メーター (IM3533, 日置電機(株)) で測定し、その変化率にて評価した。インピーダンス変化率の定義は式 1 に示す。測定は、印加電圧 1V, 測定周波数 1kHz, 温度 25℃ の条件で、湿度が安定した後に実施した。

インピーダンス変化率

$$= \frac{10\%RH \text{ のインピーダンス}}{90\%RH \text{ のインピーダンス}} \quad (1)$$

2.2 櫛歯電極構造の検討

次に、電極の櫛歯構造と湿度に対するインピーダンス変化率の関係を調査した。櫛歯電極の構造を決定するパラメータは、①電極の線幅、②線間距離、③電極本数である。図 3 に検討したパラメータを図示する。ここで、電極本数は、センサ高さ H (図 1) を電極線幅と線間距離の和で割った値となるため、厳密には変数ではない。表 1 に検討した線幅、線間距離、電極本数の組み合わせを示す。表 1 の No.1 のセンサは、実験 2.1 で用いた電極パラメータである。本検討においても、電極は MEMS プロセスを用いて石英基板上に作製した。また、感湿膜は実験 2.1 にて最もインピーダンス変化率が大きい材料を用い、測定機器・測定条件は前検討と同一とした。

2.3 フレキシ印刷による湿度センサの作製

最後に、感湿膜材料、感湿膜作製条件、電極形状を最適化した構造の湿度センサについて、フレキシ印刷機 (図 4) を用いて樹脂基板 (PET フィルム, $t=50\mu\text{m}$) 上に電極および感湿膜を形成した。当該印刷センサについて、湿度に対するセンサインピーダンスの応答特性を評価した。

3 実験結果および考察

3.1 感湿膜材料の検討結果

各材料を感湿膜としたセンサにおいて、湿度 10%RH~90%RH まで変化させたときのインピーダンス変化率を図 5 に示す。図 5 より、PVA, CNF を感湿膜として用いた場合に、湿度に応じてインピーダンスが大きく変化することが分かった。しかし、フレキシ印刷へ適用するためには、感湿膜材料の溶液が印刷版および印刷基材

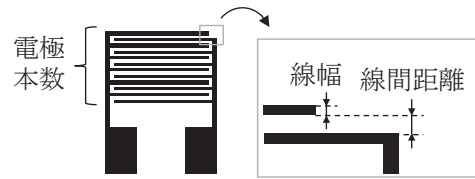


図 3 検討したパラメータ

表 1 櫛歯電極パラメータの組み合わせ

素子 No.	線幅 [μm]	線間距離 [μm]	電極本数 [本]
1	270	130	10
2	270	90	11
3	270	60	12
4	270	30	13
5	90	90	22
6	90	60	26
7	90	30	33
8	90	15	36



図 4 フレキシ印刷機
(TOFLEX-Smart, (株)太陽機械製作所)

(PET) と親和性を持つことが必要である²⁾。特に印刷版は撥水性の樹脂であることが多いため、フレキシ印刷で塗布することが可能な溶液は溶媒としてアルコールを多量に含有する必要がある。ここで、PVA はエタノールへほとんど溶解しないため³⁾、フレキシ印刷への適用は困難であると判断した。一方 CNF は、水溶媒中で均一分散した後にアルコールを混ぜても均一な分散を保つことができるため、フレキシ印刷への適用が可能である。以上により、湿度に対するインピーダンス変化率およびフレキシ印刷への適用可能性から、感湿膜は CNF が適切である

ことがわかった。

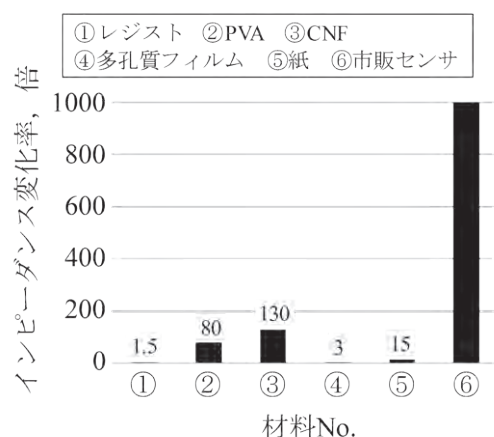


図5 各材料のインピーダンス変化率

3.2 櫛歯電極構造の検討結果

表1に示した各パラメータの構造を持つ櫛歯電極をMEMSプロセスにて作製し、CNFで感湿膜を形成してセンサとした。各センサのインピーダンス変化率を図6に示す。縦軸は、No.1センサのインピーダンス変化率を1として正規化して示している。この図により、電極線幅は小さく、線間距離が短い、密な櫛歯になるほどインピーダンス変化率が大きくなる傾向があることが分かる。ここで、フレキシ印刷で印刷可能な最小線幅/線間距離は、90 μ m/30 μ mであるため、素子No.7をインピーダンス変化率が最大化可能な電極パラメータとして採用した。

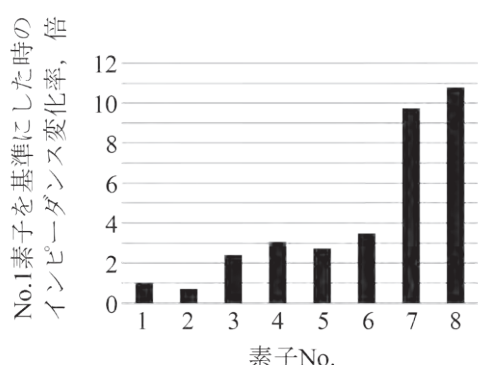


図6 正規化したインピーダンス変化率

3.3 フレキシ印刷による湿度センサの作製

3.1, 3.2の結果から、線幅90 μ m、線間距離30 μ m、電極本数33本の櫛歯電極上に、CNFの感湿膜を形成したセンサをフレキシ印刷にて作製した。フレキシ印刷にて作製したセンサを図

7に示す。図7のセンサにおけるインピーダンスの変化率を図8に示す。図8より、湿度10%RH~90%RHまでの範囲において、約1000倍のインピーダンス変化率を示すことがわかった。しかし、特に30%RH以下の低湿度領域では、センサインピーダンスの変化率が非常に小さく、湿度の測定可能範囲を拡大することが今後の課題である。

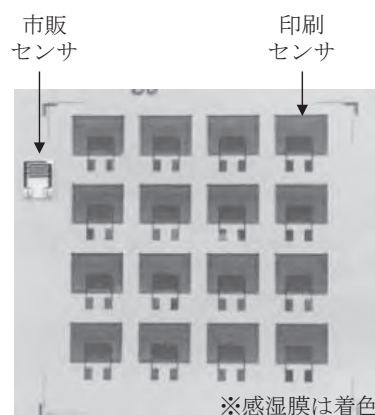


図7 フレキシ印刷センサ

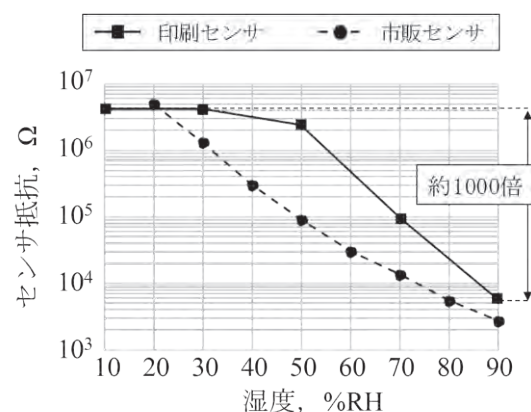


図8 フレキシ印刷センサのインピーダンス変化率

4 結 言

フレキシ印刷への適用を想定したプリンタブル湿度センサの開発を目指し、感湿膜材料および電極構造の検討と、印刷したセンサについての性能評価を実施し以下の知見が得られた。

- 1) 感湿膜材料は、湿度に対するセンサインピーダンスの変化が大きく、印刷への適用が可能なセルロースナノファイバー (CNF) が適していることが分かった。
- 2) センサインピーダンスの変化率を指標として櫛歯電極の構造パラメータの影響を検討

し、電極線幅および線間距離が小さく密な構造であるほどセンサインピーダンスの変化率が大きくなることが分かった。本研究ではフレキシソ印刷可能な最も微細パターンとして、線幅/線間距離を 90 μ m/30 μ m とした。

- 3) 1), 2)の結果をもとに、フレキシソ印刷にて作製した湿度センサの特性を評価し、湿度 10%RH~90%RH の範囲において、目標とした市販センサと同等の約 1000 倍のインピーダンス変化率を実現した。一方、湿度 30%RH 以下の低湿度領域ではインピーダンス変化率が小さいため、湿度分解能の向上が今後の

課題である。

文 献

- 1) 2018 フレキシブル／有機／プリンテッドエレクトロニクスの将来展望, 株式会社富士キメラ総研, 2018
- 2) 市川家康:印刷インキのレオロジーと印刷適性, 大蔵省印刷局, 1955
- 3) João F. A. Lopes and Catherine Simoneau : Solubility of Polyvinyl Alcohol in Ethanol , EFSA supp「orting publication, 2014

鋳型に用いるセラミックススラリーの管理方法に関する調査研究

高橋俊祐

Research on How to Manage Ceramic Slurry to be Used as a Casting Mold

Shunsuke TAKAHASHI

1 緒 言

ロストワックス鋳造法は、製品形状のろう型にセラミックススラリーをコーティングした後、脱ろうすることで図1に示すような鋳型を作成し、溶鋼を注入する鋳物の製造方法である。ロストワックス鋳造法を用いることで、薄肉で複雑形状の鋳造品を高い寸法精度で高品質に製造することが可能となる。

ロストワックス鋳造の製造現場において、セラミックススラリー材料のロット変更のタイミングでスラリーの粘性変化や、図2に示すように流動性が消失するスラリーゲル化などが起こることが確認されており、原因を究明しスラリーの品質を安定化させる管理方法が求められている。

本研究ではスラリー不良の起点とされる高純度シリカ材料の各種物性試験を行い、正常品と不良品の差を見出し、日常的に管理すべき物性項目を明らかにすることを目的とした。

2 実験方法

ロストワックス鋳造メーカーより提供された正常高純度シリカを10サンプル、ゲル化の発生する不良高純度シリカを2サンプル使用し、「粒度分布測定」「密度測定」「成分分析(波長分散型蛍光エックス線分析)」「pH測定」「熱物性測定(TG-DTA)」「比表面積測定」「強熱減量」「電子顕微鏡観察」の8項目について検討した。

粒度分布測定については、マイクロトラック・ベル(株)製MT3300EX IIを用いて水を溶媒にして測定した。密度測定については、ピクノメータ法により測定した。成分分析についてはスペクトリス(株)製Magix-EXを用いた。pH測定試験については一定量のイオン交換水に高純度シリカを添加して攪拌し、遠心分離後に上澄み液を測定した。TG-DTAについては、

(株)リガク製TG8120を用いて常温から1000℃まで昇温させ、TGとDTAの変化を確認した。強熱減量については、あらかじめ200℃で乾燥させた試料を1000℃の炉で1時間強熱して減量を求めた。比表面積測定については外部機関に依頼し、マイクロトラック(株)製BELSORP-max12-N-VPを用いて測定した。電子顕微鏡観察については、FEI製Quanta400を用いて300倍、600倍で外観の様子を観察した。



図1 ロストワックス鋳造用鋳型



図2 スラリーゲル化の様子

表 1 高純度シリカの物性試験結果一覧

不良状況		正常品 1	正常品 2	正常品 3	ゲル化品 1	ゲル化品 2
粒度分布	50%径(μm)	12.6	16.0	13.8	12.6	13.2
	MV/MN (分布幅)	14.8	16.7	17.2	15.8	17
強熱減量(%)		0.024	0.025	0.051	0.13	0.066
成分分析	定性分析 (XRF)	不純物なし	不純物なし	不純物なし	Ca あり	K あり
密度(g/cm^3)		2.72	2.75	2.70	2.69	2.71
pH		6.31	6.38	5.73	6.85	6.38
比表面積(m^2/g)		1.16	1.01	—	1.13	1.23
TG-DTA		吸熱・重量変化に相関はなし				
電子顕微鏡観察		粒子の形状に大きな差はなし				

3 実験結果および考察

3.1 高純度シリカの各種物性試験結果

高純度シリカの物性試験結果一覧を表 1 に示す。実際には正常高純度シリカは 10 サンプル測定しているが、正常品間で測定結果に差が少なかったため、代表して 3 サンプルを記載している。粒度分布、強熱減量、密度、pH、比表面積、TG-DTA、電子顕微鏡観察については、微小な差は見られたものの不良との相関があるとは言えない結果となった。蛍光エックス線定性分析の結果、ゲル化する高純度シリカの試料からのみ K あるいは Ca が検出された。同装置を用いた FP 法による簡易定量分析の結果、不良品 1 の K 量は酸化物換算で 0.10%、不良品 2 の Ca 量も酸化物換算で 0.10%であった。表 2 に半定量分析の結果一覧を示す。斜線部は非検出である。強熱減量についてゲル化品が正常品よりも減量分が多いのは炭酸化合物の脱炭酸由来の可能性が挙げられる。

表 2 FP 法による半定量分析結果

	正常品1	正常品2	正常品3	ゲル化品1	ゲル化品2
SiO ₂	99.9	99.9	99.9	99.8	99.6
MgO				0.09	
Al ₂ O ₃	0.08	0.03	0.02	0.03	0.159
K ₂ O					0.10
CaO				0.10	
Fe ₂ O ₃		0.01			

3.2 ゲル化メカニズムの推定と再現実験

セラミックススラリーは「エチルシリケート」「水」「界面活性剤」「アルコール」「高純度シリカ」「塩酸」を原料として成っており、塩酸を触媒としたエチルシリケートの加水分解により徐々に硬化していく。今回のケースでは、触媒の塩酸を高純度シリカに含まれる Ca, K が消費していることで反応を不安定にしているのではないかという仮説を立てた。Ca, K の半定量分析結果を参考に塩酸との当量を計算したところ、不良シルシック 1kg を使用する場合、約 3ml の塩酸が Ca, K 化合物により消費されることが分かった。仮説を実証するモデル実験として、正常高純度シリカを用いてスラリーを作成し(図 3)、CaO, CaCO₃, K₂CO₃ を添加してスラリーの挙動を確認したところ、どの化合物を添加しても製造現場同様のゲル化が確認された(図 4)。追加実験として CaO, CaCO₃, K₂CO₃ を添加したスラリーに塩酸を Ca, K との反応量(シルシック 1kg あたり 3ml)以上添加するとゲル化の兆候がなくなった(図 5)。再現実験条件とその結果一覧を表 3 に示す。これらの実験により、Ca, K が塩酸の触媒効果を奪っていたという仮説は正しいことが実証できたと考える。

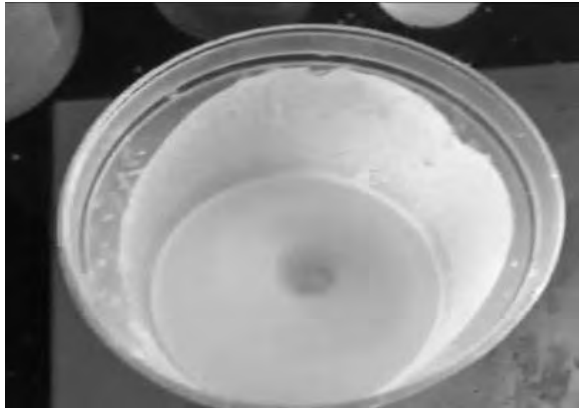


図 3 通常条件（スラリー状）

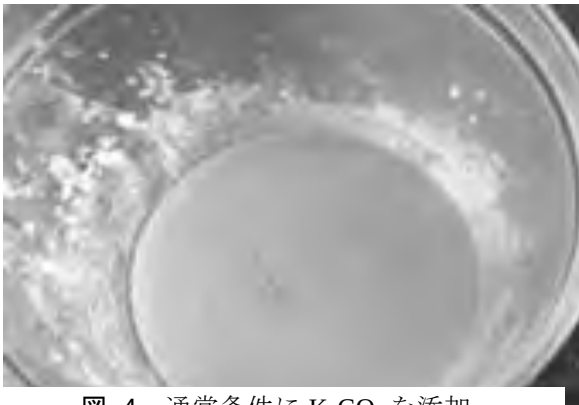


図 4 通常条件に K_2CO_3 を添加



図 5 通常条件に K_2CO_3 と HCl を添加
（スラリー状）

表 3 再現実験の条件と結果

添加物質	添加量 (シリカに対する重量%)	塩酸 (ml/シリカ1kg)	スラリー：○ ゲル化：×
添加なし		標準量	○
CaO	0.10%	標準量	×
		1.0	×
		3.8	○
CaCO ₃	0.10%	標準量	×
		1.0	×
		3.8	○
K ₂ CO ₃	0.10%	標準量	×
		1.0	×
		3.8	○

4 結 言

セラミックスラリー管理方法に関する調査研究を通して、以下の知見を得た。

- 1) ゲル化不良の発生する高純度シリカ材料からは不純物として K, Ca 化合物が検出された。
- 2) 再現実験の結果、ゲル化の原因は不純物が触媒の塩酸を消費することが分かった。
- 3) 今後は、蛍光エックス線分析による高純度シリカの不純物スクリーニング検査が必要である。

カーボンナノチューブの複合化による レジンボンド砥石用ポリイミドの機械的特性の向上

泉妻孝迪 村岡潤一 大津加慎教 村上周平 鈴木庸久*

Improvement of Mechanical Properties of Polyimide for Resin-bond-grinding-wheel by Composite of
Carbon-nanotube

Takamichi IZUNOME Jun-ichi MURAOKA Yoshikazu OHTSUKA
Shuhei MURAKAMI Tsunehisa SUZUKI*

1 緒 言

クリープフィード研削は、高切込み、低送り速度の研削条件で加工を行う、高硬度材の高能率研削法として広く用いられている。クリープフィード研削では、砥粒切込み深さは小さく、砥粒切削長さ極めて大きくなることから、研削温度が高くなる傾向がある。したがって、クリープフィード研削に用いる砥石には耐熱性や放熱性が求められ、レジンボンド砥石の場合、ボンド材は耐熱性に優れるポリイミド樹脂 (PI) が用いられる¹⁾。我々は、この PI の強度、耐熱性、放熱性などを向上させ、レジンボンド砥石の長寿命化を図るため、カーボンナノチューブ (CNT) を添加した高耐熱性・高強度な PI 複合体の開発に取り組んでいる。CNT と PI の複合体は、フィルムをワニスから作製した際に強度や電気伝導性などが向上すると報告されている²⁾。しかし、この作製方法では、砥石のような厚肉 CNT/PI 複合体を作製することが困難である。別な作製方法として、CNT と PI 粉を混合し、成形する方法があるが、この方法では、CNT の均一分散が難しいという課題がある。

本報では、良分散状態で、高濃度な CNT 複合 PI 樹脂を成形することを目的として、ポリアミク酸 (PAA) 被覆 CNT 粉からの反応成形法を検討し、得られた PI/CNT 成形体の機械的特性を評価した。

2 実験方法

2.1 PI/CNT 粉の調製

2.1.1 PAA 被覆 CNT 粉の調製

CNT (Nanocyl NC7000) と PAA ワニス (宇部興産製 U-Varnish A) を CNT 含有量が固形分量

で 1~20wt% の範囲となるよう混合した。混合液を貧溶媒中へ滴下し再沈後、吸引濾過して PAA 被覆 CNT を得た。得られた PAA 被覆 CNT 粉を電界放出形走査電子顕微鏡 (FE-SEM; JEOL 製 JSM-7900F) で観察し被覆状態を確認した。

2.1.2 PI 被覆 CNT 粉の調製

2.1.1 で得られた PAA 被覆 CNT 粉を 350℃1h の熱処理によりイミド化を行った。得られた PI 被覆 CNT は赤外分光分析装置 (パーキンエルマー・ジャパン製 Frontier Gold FTIR Spotlight400) を用いてイミド化を確認した。

2.1.3 PI-powder/CNT 混合粉の調製

固相微粒子混合分散装置 (日本コークス工業製マルチパーパスミキサー MP 型) を用い CNT (Nanocyl NC7000) と PI 粉 (宇部興産製 UIP-R) を CNT 含有量が 1~3wt% の範囲で混合し、PI-powder/CNT 混合粉を得た。

2.2 PI/CNT 成形体の作製

プラズマ複合材料焼結装置 (エス・エス・アロイ製 CSP-V-601201) を用いて φ50mm×2mm の PI/CNT 成形体を作製した。PAA 被覆 CNT 粉の反応成形における成形条件は成形圧力を 30MPa とし、真空下 (20Pa 以下) で 380℃, 1 時間加熱した。成形後、赤外分光分析によりイミド化を確認した。PI 被覆 CNT 粉および PI-powder/CNT 混合粉の成形条件は成形圧力を 200MPa とし、真空下 (20Pa 以下) で 380℃, 1 時間加熱した。得られた各成形体の CNT の分散状態について透過型電子顕微鏡 (TEM; Philips 製 CM300) を用いて評価した。

2.3 PI/CNT 複合成形体の三点曲げ試験

2.3.1 曲げ強さの測定

【平成 27~29 年度 戦略的基盤技術高度化支援事業】

* 秋田県立大学

成形体から $40\text{mm} \times 10\text{mm} \times 1.8\text{mm}$ の曲げ試験片を採取し、精密万能材料試験機（島津製作所製 AUTOGRAPH AG-X 100kNX）を用いて圧子半径 2mm，支点間距離 30mm，試験速度 0.5mm/min の条件で三点曲げ試験を行い，曲げ強さを測定した。

2.3.2 FE-SEMによる破面観察

曲げ試験後の破面を FE-SEM で観察し，CNT3wt%における各成形体の破壊形態を確認した。

3 実験結果および考察

3.1 PI/CNT 複合粉の調製

PAA 被覆 CNT5wt% 粉および PAA 被覆 CNT10wt% 粉，PI-powder/CNT3wt% 混合粉の SEM 観察結果を図 1 に示す。PAA 被覆 CNT 粉

はサブ μm サイズの網目状の構造が確認できた。PAA 被覆 CNT5wt% 粉に比べ PAA の重量比が少ない PAA 被覆 CNT10wt% 粉では，網目構造を構成する繊維径が細いことが確認できる。これは PAA と CNT の構成比に応じて被覆量が減少したためと考えられる。PI-powder/CNT 混合粉は PI 粒子表面に CNT が付着している様子が確認でき，高倍率観察からは CNT が粒子表面に刺さりこんでいる様子が確認された。

熱処理による PI 被覆 CNT 粉の調製結果の代表例として，PAA 被覆 CNT10wt% 粉および PI 被覆 CNT10wt% 粉の赤外吸収スペクトルを図 2 に示す。熱処理により 1650cm^{-1} 付近のアミドの吸収が消失し， 1775cm^{-1} のイミドの吸収が増加しており，PAA がイミド化したことが確認できた。

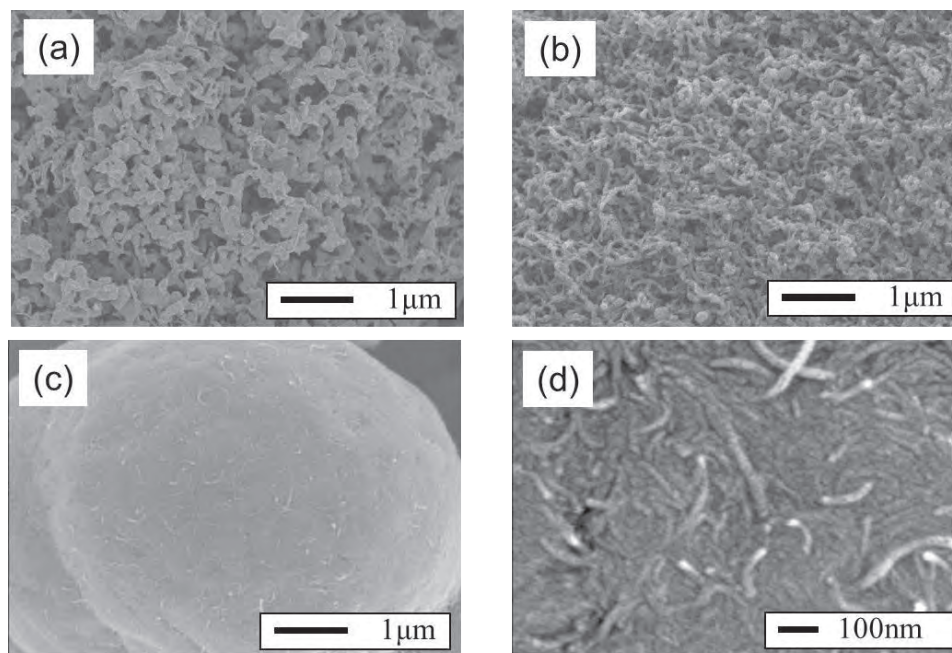


図 1 PI/CNT 原料粉末の SEM 写真

(a); PAA 被覆 CNT5wt% 粉, (b); PAA 被覆 CNT10wt% 粉,
(c); PI-powder/CNT3wt% 混合粉, (d); (c) の高倍率観察

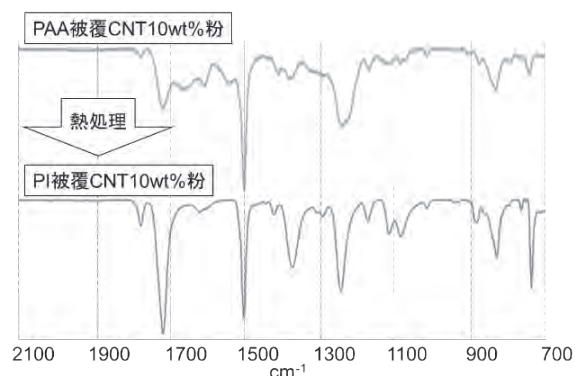


図 2 PAA 被覆 CNT10wt% 粉および PI 被覆 CNT10wt% 粉の赤外吸収スペクトル

3.2 CNT/PI 成形体の TEM 観察

PAA 被覆 CNT20wt% 成形体および PI-powder/CNT3wt% 成形体の TEM 観察結果を図 3 に示す。PI-powder/CNT3wt% 成形体は CNT が凝集していることが確認できる。これは PI-powder/CNT 混合粉において PI 粒子表面にのみ存在する CNT が成形時に凝集したためと考えられる。対して PAA 被覆 CNT 成形体は CNT が 20wt% の高濃度添加にも関わらず良分散状態であることが確認できた。これは PAA 被覆 CNT 粉の被覆構造が、成形時における CNT の再凝集を抑制するためと考えられる。

3.3 PI/CNT 成形体の三点曲げ試験結果

PI/CNT 成形体の曲げ強さを表 1 に示す。PI-powder/CNT 成形体は、CNT の増加とともに曲げ強さが低下した。一方で PAA 被覆 CNT 成形体は、CNT の増加とともに曲げ強さが向上し、最大添加量の CNT20wt% において 238MPa を示した。また、イミド化後に成形した PI 被覆 CNT 成形体は曲げ強さと CNT 量の相関が確認できなかった。これにより PAA からの反応成形が PI/CNT 成形体の高強度化と曲げ強さの安定化

に寄与することが示唆された。

CNT3wt% における各 PI/CNT 成形体の破面観察結果を図 4 に示す。PI-powder/CNT 成形体は PI-powder/CNT 混合粉の粒子界面で破壊しており、CNT の凝集体も確認された。このことから PI-powder/CNT 成形体の曲げ強さが CNT の増加とともに低下したのは、PI 粒子の表面を覆った CNT がマトリクスとなる PI 粒子間での分子の相互拡散を阻害し、かつ破壊起点となる CNT 凝集体を形成したためと考えられる。PAA 被覆 CNT 成形体の破面にはディンプルが確認でき、延性的な破面を示した。これは反応成形により PI 粒子間で分子が十分に相互拡散し、均一な強度のマトリクスを有する成形体が作製できたためと考えられる。一方で PI 被覆 CNT 成形体は脆性的な破面を示していることから、PI 粒子間において分子の相互拡散が十分に進行せずマトリクスの強度が不均一になったと考えられる。

以上から、PI/CNT 成形体の曲げ強度の向上において、CNT の良分散と十分に相互拡散した PI 相の形成が重要と考えられ、PAA 被覆 CNT 粉からの反応成形が有効性であると考えられる。

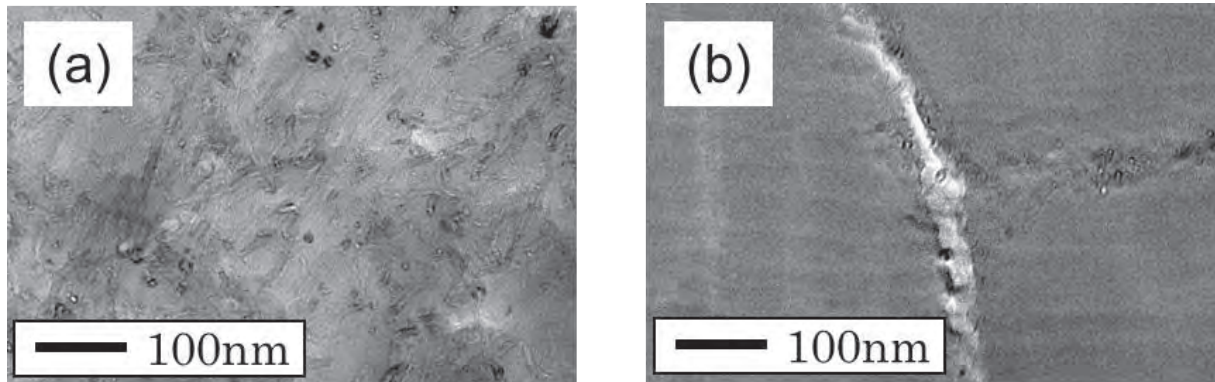


図 3 PI/CNT 成形体の TEM 写真
(a); PAA 被覆 CNT20wt% 成形体, (b); PI-powder/CNT3wt% 成形体

表 1 PI/CNT 成形体の曲げ強さ, MPa

CNT 含有量 (wt%)	PAA 被覆 CNT	PI 被覆 CNT	PI-powder/CNT
0	—	—	169
1	197	—	—
1.5	—	—	90
3	200	66	61
5	205	109	—
10	220	69	—
20	238	108	—

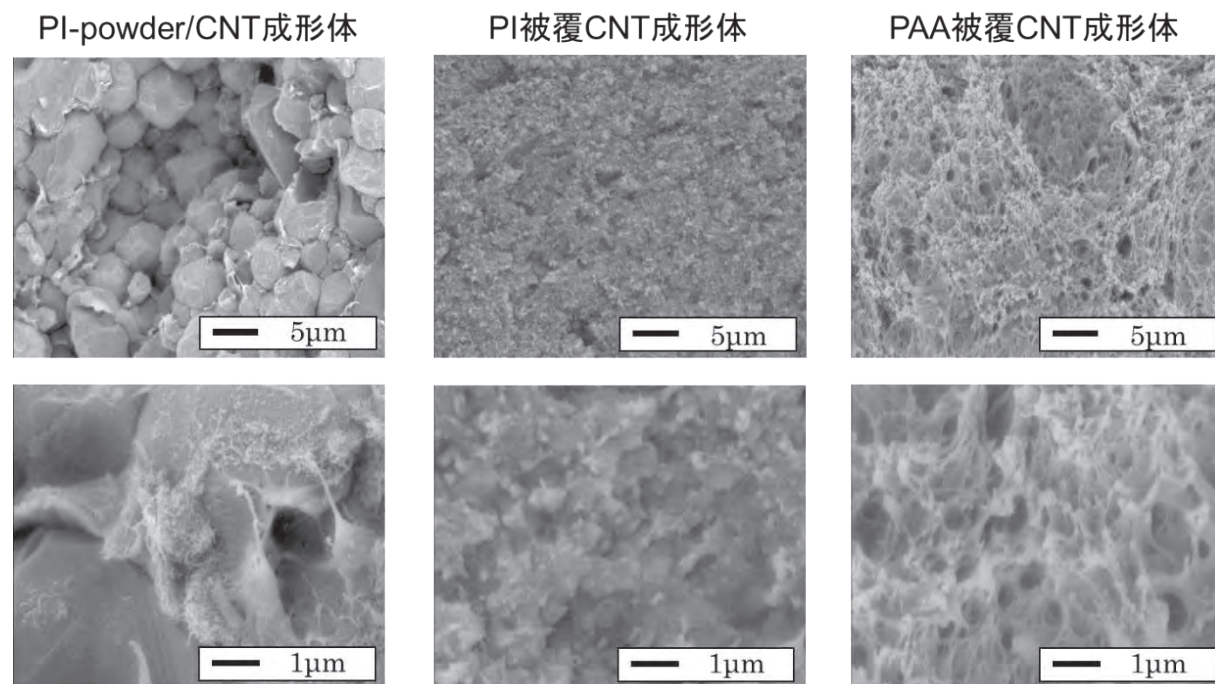


図4 PI/CNT 成形体（CNT3wt%）の破面の SEM 写真

4 結 言

PAA 被覆 CNT から反応成形により得られた PI/CNT 成形体は、CNT20wt%の高濃度条件でも CNT が良分散であり、238MPa の曲げ強さを示した。このことから被覆構造による再凝集抑制と反応成形による均一な強度のマトリクス形成が肉厚で高強度な PI/CNT 成形体の作製に効果的であると考えられる。

謝 辞

本研究は平成 27~29 年度戦略的基盤技術高度化支援事業により行われたものである。記して感謝する。

文 献

- 1) 三宅正二郎, 渡辺純二, 上野嘉之, 鶴田兼吉, 精密機械, 43, 12, (1977), 1415-1420.
- 2) H. H. So, J. W, Cho, N. G. Sahoo, European Polymer Journal, 43, 9, (2007), 3750-3756.

機械的信頼性向上に向けた熱可塑性樹脂の成形加工技術の開発

後藤喜一 佐竹康史 江部憲一 大津加慎教

Study of Molding Process Conditions of Thermoplastic Resin for Mechanical Reliability

Kiichi GOTO Yasufumi SATAKE Kenichi EBE Yoshikazu OTSUKA*

1 緒 言

自動車等，部品のプラスチック化が進められている。自動車等の部品には高い信頼性が要求されることから，強度や耐久性などに影響を与える，材料の選択，形状デザイン，成形条件はより慎重な検討を要する。

一方，プラスチック材料は結晶性，非晶性の違いにより，成形特性や機械的特性が異なる¹⁾。しかし，これまで成形条件は成形機の動作設定管理に留まり，樹脂種の違いによる金型内のプラスチックの挙動と成形品の固化状態と機械的特性の関係が不明確であった。

本研究事業では，金型内樹脂圧力計測²⁾が可能な試験金型を使用し，ISO 準拠試験形状の成形実験と成形品の観察，強度試験を行い，結晶性のポリプロピレン樹脂の成形条件と成形品内部構造と曲げの機械的特性の関連性を調べ，樹脂流動解析で得られる樹脂圧力パターン予測から機械的特性分布が予測可能かどうか検討した。

2 実験方法

2.1 射出成形による試験片作製

2.1.1 試験片形状

試験片形状は，JIS K7139:2009「プラスチック-試験片」³⁾に準拠した。試験片の形状を図1に示し，寸法を表1に示す。

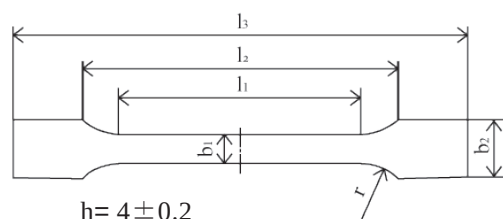


図1 試験片の形状

表1 試験片の寸法

寸法 (mm)		
l_1	平行部の長さ	80 ± 2
l_2	タブ部間距離	109.3 ± 3.2
l_3	全長	≥ 170
r	肩部の幅	24 ± 1
b_1	中央の平行部の幅	10 ± 0.2
b_2	端部の幅	20 ± 0.2
h	厚さ	4 ± 0.2
つかみ具間距離		115 ± 1

2.1.2 試験片射出成形金型

試験片は射出成形法で成形し，射出成形金型はJIS K7152-1:1999「プラスチック-熱可塑性プラスチック材料の射出成形試験片」⁴⁾に準拠した。キャビティプレートは，ISO 金型タイプAとした。キャビティプレート形状とセンサ位置を図2に示す。本金型は，金型内の樹脂挙動を調べるため，圧力センサを中央ランナ，ゲート直下，最終充填部の計3カ所に設置した。

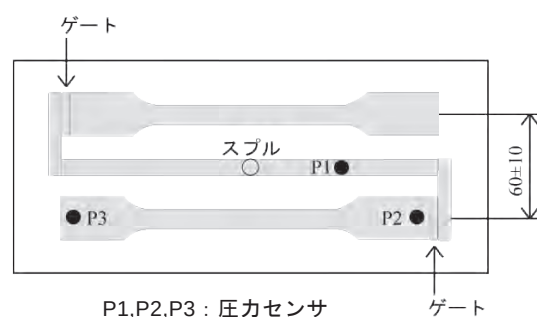


図2 キャビティプレート

2.1.3 射出成形

射出成形機は、日本製鋼所(株)製 JSWJ110EL IIを使用した。金型温度調節は、(株)シュトルツ製 TYPE-TB-31を使用した。図3に作製した金型内樹脂圧力計測が可能なISO試験金型を成形機に取り付けた状態の写真を示す。

成形材料は、結晶性樹脂であるポリプロピレンとし、市販の(株)プライムポリマー製プライムポリプロ J105G (MFR 9.0)を使用した。



図3 樹脂圧力計測金型

2.1.4 金型内樹脂圧力計測

金型内圧力計測システムは、双葉電子工業(株)製の MOLD MARSHALLING SYSTEMを使用した。圧力センサは、エジェクタピンタイプを使用した。

2.1.5 成形条件

樹脂温度 180～270℃、金型温度 30～80℃、射出速度 16～128mm/sec の範囲で各パラメータを変更させて各条件の影響を調べた。本報で比較した成形条件を表2に示す。

表2 成形条件

条件項目	成形条件			
	1	2	3	4
樹脂温度 (℃)	180	200	250	270
金型温度 (℃)	30	30	30	80
射出速度 (mm/sec)	16	16	128	128

2.2 樹脂圧力解析

樹脂流動解析ソフトを用いて各センサ位置での樹脂圧力の時間変化を計算した。ソフトはオートデスク(株)製 Moldflow Insight 2013を使用した。計算結果の一例(成形条件1)を図4に示す。

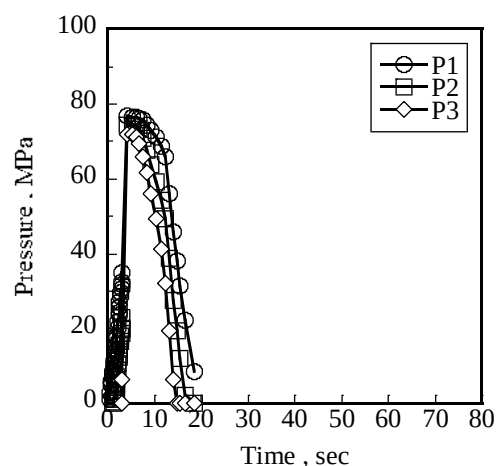


図4 樹脂圧力計算結果の一例

2.3 成形品内部構造観察

ミクロトームでダンベル試験片の平行部から厚さ 20μm の切片サンプルを作製し、偏光顕微鏡⁵⁾で観察した。ミクロトームは、Leica 製 MR2235を使用した。偏光顕微鏡は、(株)ニコン製 ECLIPSE LV100N POLを使用した。

2.4 曲げ強度試験

曲げ強度試験は、三点曲げで支点間距離 64mm、試験速度 2mm/min の条件で行った。試験機は、(株)エーアンドディ製 RTF-200を用いた。強度の算出は、JIS K7171:2016 (ISO 178:2010)に準拠し、曲げ弾性率、最大曲げ応力、規定ひずみ曲げ応力を求めた。各試験値は試験回数5回の平均値とした。

3 実験結果及び考察

3.1 樹脂圧力解析

樹脂圧力解析の一例として成形条件1と成形条件4について樹脂圧力の時間変化を計算させた結果を図5に示す。図5に示した圧力波形は、図2のP2の位置の圧力の時間変化予測である。

成形条件1と成形条件4の樹脂圧力の時間変化は、それぞれ特徴的に異なる圧力波形を示した。

成形条件4は、成形条件1よりも成形開始直後の圧力の立ち上がり始めが早く、圧力上昇の速さも速い。これは、射出速度が成形条件4の方が速いためと考える。

また、成形条件4は、成形条件1よりも圧力の極大が低く、極大後の圧力低下が遅い。これは、成形条件4の樹脂温度が高いためと考える。

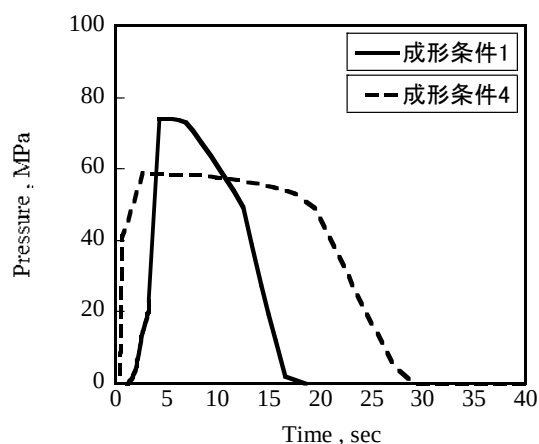


図5 樹脂圧力解析の一例
(P2位置の圧力計算結果)

3.2 金型内樹脂圧力計測

実成形による各成形条件での金型内樹脂圧力計測結果を図6から図9に示す。横軸が時間(sec)，縦軸が圧力(MPa)で表示している。P1, P2, P3はそれぞれランナ中央，ゲート直下，末端の圧力を示す。成形開始直後の圧力の急激な立ち上がりは，樹脂が末端まで到達しキャビティ内がほぼ100%充填されたためである。その後，キャビティ内に樹脂圧力が十分にかかっている間は，高い圧力値を維持している。ゲートシール，樹脂の冷却固化に伴い，圧力値が低下している。これらは，樹脂圧力解析と同様の傾向を示した。圧力の極大後の圧力低下開始のタイミングは，実測値は図5解析値よりも遅い結果であった。

次に各成形条件での樹脂圧力波形の特徴を述べる。図6の成形条件1は，最高圧力に達してから圧力が低下する時間が短い。これは，樹脂温度が低く，粘度の上昇が著しく早いためと考える。図7の成形条件2と図8の成形条件3は，

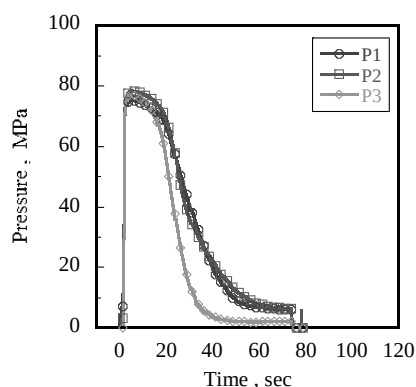


図6 成形条件1の型内樹脂圧力計測

ほぼ同じ圧力波形を示しているが，条件2は，条件3よりも，最高圧力が3MPa低く，圧力の低下が約10sec遅い。これは，樹脂温度が高いほど，固化までの時間が長くなり，ゲートシール時間が長くなったためと考える。図9の成形条件4は，圧力低下までの時間が著しく長い。そのため，成形条件4の成形時間が長くなった。これは，成形条件2と成形条件3と同様の理由に加えて，金型温度が高いことで，樹脂温度と金型温度の差が小さくなり，樹脂から金型への熱移動が低下するためである。成形条件1と成形条件4の射出速度に8倍の差があるが，樹脂圧力波形に大きな差が無いことから，射出速度の影響は樹脂温度と金型温度に比べて小さいと言える。

3.3 成形品内部構造観察

図10から図13は試験片の平行部中央の切片サンプルの偏光顕微鏡画像である。図10は表層から内部に向かってスキン層が約0.46mm存在し，内部は球晶で構成されるコア層となっている。成形条件2と成形条件3のスキン層厚さは，それぞれ0.25mm，0.15mmであった。それに対して図13は，スキン層が0.1mm以下と薄く，同じ観察倍率では明らかな剪断層が見られなかった。また，コア層の球晶は，図10に比べて明らかに大きい。3.2で述べたように，成形条件4は，金型温度が高いことで，樹脂温度と金型温度の差が小さくなり，樹脂から金型への熱移動が低下する。そして，樹脂温度が低下する速度が遅くなるため球晶が大きく成長したものとする。(図17)

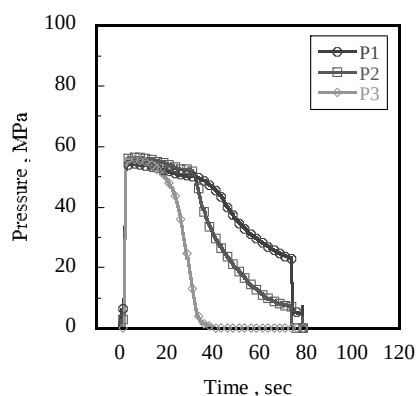


図7 成形条件2の型内樹脂圧力計測

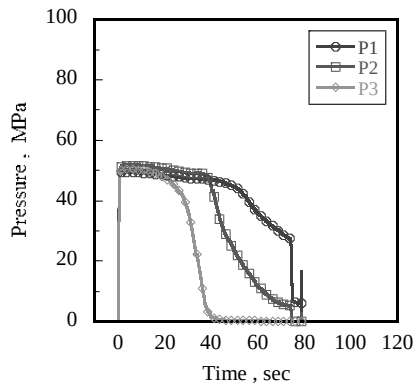


図 8 成形条件 3 の型内樹脂圧力計測

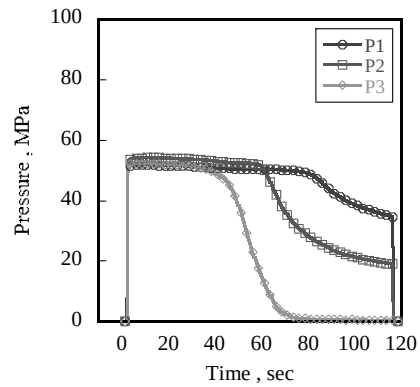


図 9 成形条件 4 の型内樹脂圧力計測

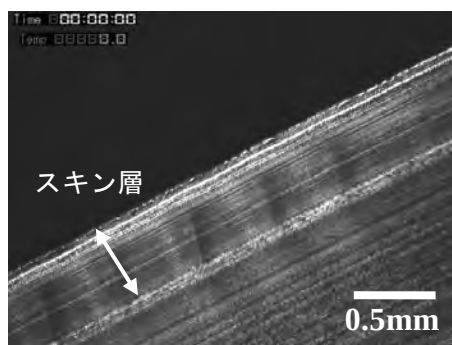


図 10 成形条件 1 の偏光顕微鏡観察像

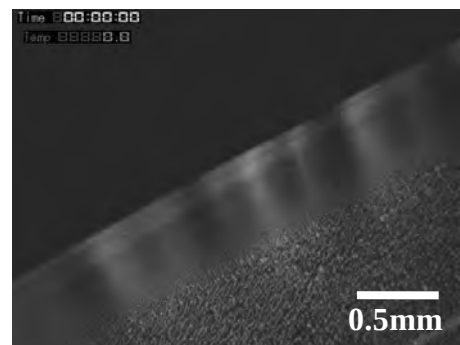


図 11 成形条件 2 の偏光顕微鏡観察像

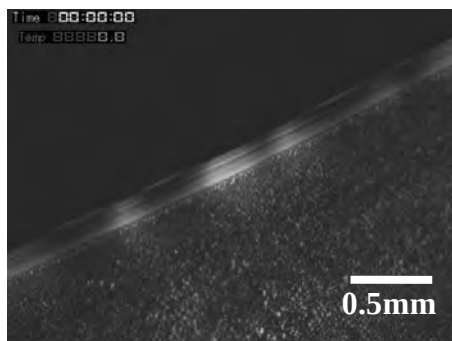


図 12 成形条件 3 の偏光顕微鏡観察像

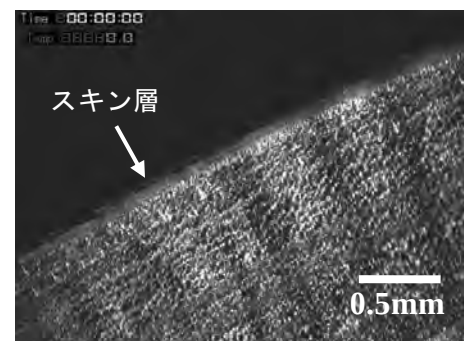


図 13 成形条件 4 の偏光顕微鏡観察像

3.4 曲げ強度試験

曲げ強度試験の応力-たわみ曲線の一例を図 14 に示す。横軸はたわみ量、縦軸は応力である。成形条件により、応力-たわみ曲線が異なることがわかる。

曲げ弾性率を図 15、曲げ強さを図 16 に示す。曲げ弾性率及び曲げ強さとも成形条件によって値が異なる結果であった。曲げ弾性率に関しては、成形条件 1 が最も高い値 2300MPa、成形条件 3 が最も低い値 1800MPa で、両者には 500MPa の差があった。樹脂温度が高いほど曲げ弾性率が低くなるとは思ったが、樹脂温度が最も高い

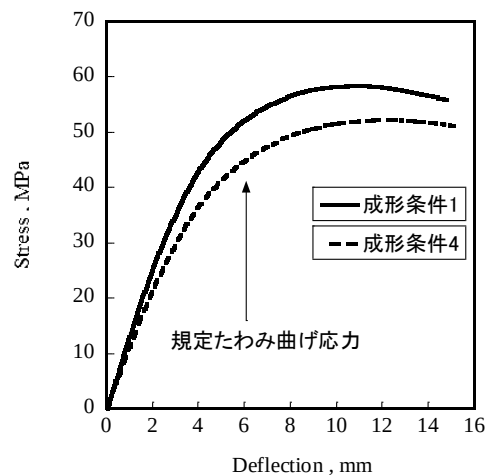


図 14 曲げ強度試験の応力-たわみ曲線

成形条件 4 は、それよりも樹脂温度が低い成形条件 3 よりも高い値となった。これは、金型温度が 80℃で高いことにより、スキン層により近いところでも球晶組織が大きく成長した影響によると考える。図 17 に成形条件 4 のコア層の偏光顕微鏡観察画像を示す。

図 16 の曲げ強さは、応力-たわみ曲線の最大値である最大曲げ応力を網掛け、試験片厚みの 1.5 倍である 6mm のたわみ量の時の値である規定たわみ曲げ応力を黒塗りで表示した。規定たわみ曲げ応力は、曲げ弾性率と同様の傾向を示した。最大曲げ応力は成形条件 4 に関して、成形条件 2 の値よりも高い値となった。

曲げ弾性率、曲げ強さにおいて、成形条件 1 が最も高い値を示した理由としては、スキン層厚さに起因していると考ええる。先行研究において、藤山はポリプロピレン射出成形品のコア層は球晶より成り、スキン層流れ方向に向けた shish-kebab 状構造により成ると報告した⁶⁾。さらに、スキン層/コア層 2 層モデルを仮定してスキン層とコア層の曲げ弾性率を計算し、スキン層の弾性率は、コア層の弾性率の 1.7 倍であると報告した⁷⁾。これらから、本報告において、樹脂温度、金型温度が低い成形条件では、樹脂と金型の界面で強いせん断力が生じ、分子鎖が shish-kebab 状構造を成し固化したスキン層が厚く形成されたことにより(図 10, 図 11, 図 12), 曲げ弾性率、曲げ強さが高い値を示したと考える。

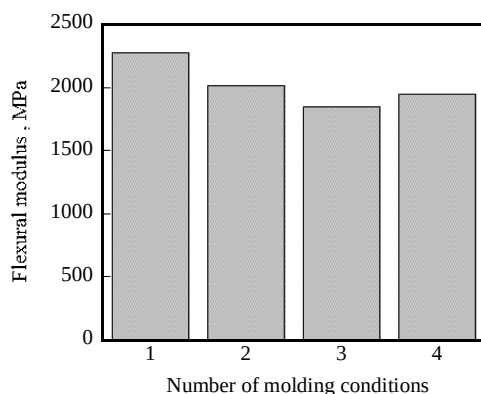


図 15 曲げ弾性率

スキン層が薄い成形条件 4 (図 13) が、スキン層がそれよりも厚い成形条件 3 (図 14) よりも曲げ強さの値が高くなった理由は、冷却速度

が遅く、また保圧・冷却時間が長いコア層の球晶が大きく成長したためと考える(図 17)。

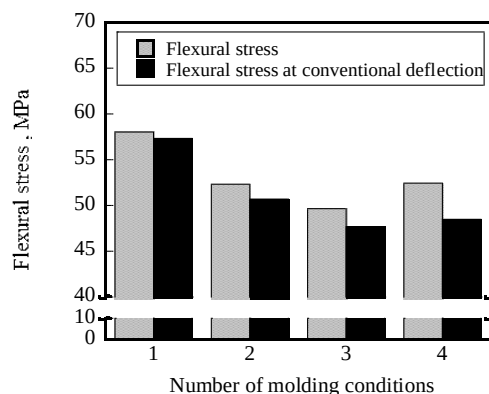


図 16 曲げ強さ

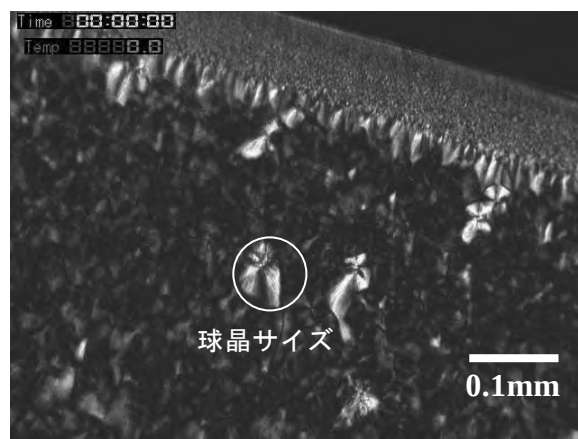


図 17 成形条件 4 コア層の偏光顕微鏡観察画像

3.5 樹脂流動解析の活用

3.2 と 3.3 で行った金型内樹脂圧力測定、成形品断面の偏光顕微鏡観察による評価により、樹脂温度、金型温度等の成形条件毎に、ポリプロピレン樹脂成形品のスキン層、球晶組織等で構成される内部構造が異なることがわかった。

また、3.4 では、その内部構造の異なる成形品の曲げ強度を評価した結果、スキン層が厚いほど弾性率と曲げ応力が高くなることがわかった。また、スキン層が薄くても球晶サイズが大きいと曲げ応力が高くなることがわかった。

これらの蓄積データを製品設計時に活用できるのであれば、製品開発の手助けになると考えられる。近年、樹脂流動解析ソフトの普及が進んでいる。樹脂流動解析から得られる様々な計算予測から成形品内部構造や機械的特性の予測がある程度できれば、コスト低減と品質向上が図られると考える。

樹脂流動解析で計算した樹脂圧力波形と実成形時に圧力センサで測定した樹脂圧力波形に特徴的類似があれば、ある程度予測ができるのではないかと考える。図 18 と図 19 にそれぞれ成形条件 1 の圧力センサ P2 の位置における樹脂圧力の計算と実測と成形条件 4 の樹脂圧力の計算と実測を示した。

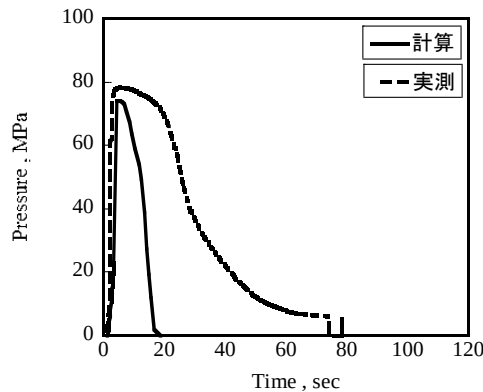


図 18 成形条件 1 の樹脂圧力の計算と実測

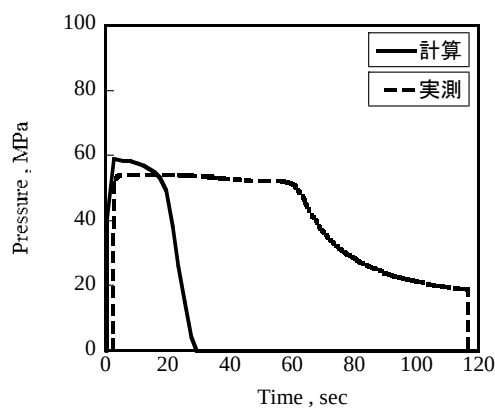


図 19 成形条件 4 の樹脂圧力の計算と実測

成形条件 1 と成形条件 4 の両方において、金型との熱伝達やスクリー背圧等の計算精度の影響により、計算と実測で圧力波形が完全には重ならなかった。しかし、成形条件 1 と成形条件 4 を比べると、それぞれの条件による波形で形状が異なり、計算と実測で波形が類似している。成形条件によって圧力、組織、強度が変化する。圧力は、組織と強度と相関がある。現場での圧力測定は困難であるが、樹脂流動解析時に目的個所で圧力波形を得ることで成形品内部構造や機械的特性をある程度予測することができる。但し、本研究においては、欠陥となり得るウェルドや介在物などが無い個所を前提に考えている。また、他の熱可塑性結晶性樹脂に関しての検証は、今後の課題である。

樹脂流動解析は、メッシュのサイズや分布の最適化、樹脂物性データの信頼性に影響を受けることから、より精度の高い予測を行うためには、さらなるデータ蓄積が必要であるとともに、樹脂成形中の内部構造形成挙動を把握することが重要であると考えられる。

4 結 言

ポリプロピレン樹脂の成形条件と成形品内部構造と曲げの機械的特性の関連性を調べ、さらに樹脂流動解析で得られる樹脂圧力パターン予測から機械的特性分布が予測可能かどうか検討し、以下のことがわかった。

- 1) 樹脂温度が高くなるに従い、スキン層が薄くなり、金型温度を高くすることにより、スキン層近傍の球晶構造が大きくなる。
- 2) 成形条件とそれに伴う成形品内部構造の違いにより、機械的特性としての曲げ強さに違いを生じる。スキン層が薄くなるに従い、弾性率と曲げ応力が低く、球晶構造が大きいほど値が高くなる。
- 3) 樹脂流動解析による圧力波形は実測波形と類似し、成形品内部構造分布や機械的特性と相関がある。
- 4) 以上の結果から、金型設計時に、樹脂流動解析による目的個所での圧力波形を得ることで、成形品内部構造や機械的特性をある程度予測することができる。

文 献

- 1) 成澤郁夫：プラスチックの機械的性質，シグマ出版，1994，51-53 頁。
- 2) 折田浩春：プラスチック成形加工実践講座シリーズテキスト，プラスチック成形加工学会，2012，11-28 頁。
- 3) JIS K 7139:プラスチック-試験片（2009）
- 4) JIS K 7152-1:プラスチック-熱可塑性プラスチック材料の射出成形試験片（1999）
- 5) 栗屋裕：高分子材料の偏光顕微鏡入門，アグネ技術センター，2001，121 頁
- 6) 藤山光美：高分子論文集，32(1975)10，pp.411-417
- 7) 藤山光美，木村修吉：高分子論文集，32(1975)7，pp.851-590

音響放射力による粒子整列技術を用いた UV 硬化樹脂・金属複合体の造形

村岡潤一 鈴木庸久*

UV Resin Composite Containing Metal Particle Lines Formed by Acoustic Radiation Force

Jun-ichi MURAOKA Tsunehisa SUZUKI*

1 緒 言

3D プリンターによる直接造形が注目されるとともに、使用素材や試作範囲の拡大が求められている。特に、機械的強度など、機能性の付与を目的として、金属、セラミックスと樹脂の複合体の 3D プリンティングは需要が高い。しかしながら、樹脂と金属の物性の違いから、これらを同時に造形することは難しい。樹脂をマトリクスとして金属、セラミックス微粒子を複合させることは可能だが、一様な、もしくはランダムな分布を持つ複合体しか造形できない。

筆者らは、液体中に定在波音場¹⁾を発生させ、その音響放射力により微粒子を整列させる方法を提案している²⁾。この方法を用いれば、樹脂中に微粒子を直線状に整列させることや、微粒子を任意の位置に整列されること、操作を繰り返し積層させることで立体を造形することなどが可能となる。

本報告では、樹脂中に微粒子を整列・積層させるための基礎的な検討として、高粘度液体中において、微粒子が整列できる条件を FEM 解析により調べ、整列試験により実証した。さらに、樹脂の硬化と微粒子の整列を繰り返すことにより、微粒子が含まれる立体の積層造形を試みた。

2 実験装置

図 1 に微粒子整列試験及び積層試験に用いた試験装置の構成を示す。石英ガラス基板上に定在波音場を発生させるため、図のように超音波振動子と反射板を線対称形に配置した。また、UV 硬化樹脂を硬化させるため、石英ガラス越しに下側から UV 光を当てられる構造とした。振動子から照射された超音波は、媒質中を直進し、基板上において角度 θ で正反射した後、反射板により 180° 反射することにより、超音波

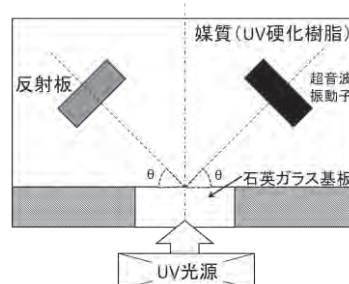


図 1 実験装置の構成

表 1 解析条件

振動周波数, f	1.6MHz
反射角度, θ	45 deg.
媒質の音速, c	1500 m/sec
媒質の密度, ρ	1000 kg/m ³
媒質の粘度, μ	$10^0 \sim 10^4$ mPa $\cdot$ s
微粒子	直径 10 μ m の球形

表 2 微粒子整列試験 試験条件

端子電圧, V	10
負荷電流, mA	500
媒質温度, $^\circ$ C	20
微粒子	Ni 被覆ダイヤモンド砥粒 粒径 10–20 μ m
媒質	メタクリレート系 UV レジン ・低粘度 (20 mPa $\cdot$ s) ・高粘度 (2000 mPa $\cdot$ s) PVA 水溶液 ・中粘度 (200 mPa $\cdot$ s) ・高粘度 (2000 mPa $\cdot$ s)

表 3 硬化・積層試験 試験条件

媒質	メタクリレート系 UV レジン ・低粘度 (20 mPa $\cdot$ s)
樹脂硬化用 UV 光源	低圧水銀ランプ 定格 110W 主スペクトル: 185nm, 254nm
微粒子	Ni 被覆ダイヤモンド砥粒 粒径 10–20 μ m
積層幅, μ m	10
積層回数	8 回

【平成 29 年度 工業技術センター試験研究費 技術開発・改善事業】

*秋田県立大学

振動子 - 基板 - 反射板間に定在波音場を発生させる。発生させた定在波音場は、超音波の進行方向と直行する方向（図中の奥行方向）に周期的かつ直線的な節を持つ。基板上の微粒子は定在波の節に向かう音響放射力により整列する。超音波振動子は、直径 18mm, 共振周波数 1.6 MHz の振動子（本多電子株式会社製 HM-1630）を用いた。反射板は直径 10mm の SUS304 鋼板を、基板は石英ガラスを用いた。

3 実験方法

3.1 FEM 解析

図 1 に示す実験構成を模した解析モデルを用いて、振動子から完全な平面波が照射され、微粒子が超音波を阻害しない仮定での音圧 p と粒子速度 u の分布を有限要素法により解析した。表 1 に解析条件を示す。体積粘性 μB は粘性 μ の $2/3$ とした³⁾。基板及び反射板における超音波の透過はないものとした。微粒子に加わる音響放射力は、音圧勾配と音響粒子速度、微粒子の体積から計算した⁴⁾。解析には、市販の FEM 解析ソフト COMSOL Multiphysics を用いた。

3.2 微粒子整列試験

表 2 に微粒子整列試験の試験条件を示す。 f , L_t , L_f , θ は FEM 解析モデルと同様とした。媒質はメタアクリレート系 UV レジン及びポリビニルアルコール（PVA）水溶液を用いた。整列状態の観察はデジタルマイクロスコープを用いた。

3.3 硬化・積層試験

表 3 に硬化・積層試験の試験条件を示す。積層試験は、低粘度（20 mPa・s）のメタアクリレート系 UV レジンを媒質とした、整列試験と同条件での微粒子の整列と、低圧水銀ランプを用いて樹脂の硬化を繰り返すことにより、微粒子を樹脂の中に積層させた。積層状態は、樹脂の断面から光学顕微鏡を用い観察した。

4 実験結果および考察

4.1 FEM 解析

図 2 に、基板上における水平方向の音響放射力と粘性の関係を示す。縦軸は音響放射力であり、粘性 $\mu=1$ mPa・s における音響放射力を 1 として規格化している。横軸は粘性であり、対数目盛で示した。音響放射力は、粘性が増加する

と共に単調減少するが、 $\mu=1\sim100$ mPa・s の区間では減少幅が緩やかなのに対し、 $\mu=100\sim1000$ mPa・s の区間で急激に減少し、 $\mu=2000$ mPa・s でほぼ 0 となる。図 3(a)(b) にそれぞれ粘性 20 mPa・s, 2000 mPa・s における音圧分布及び音響放射力の向きを示す。図中の濃淡は音圧分布であり、色が濃いほど音圧が高い。白の部分は音圧が 0 であり、節となる。音圧は粘性 20 mPa・s の最大値を 1 として規格化している。また、図中の矢印は音響放射力の向きを表している。図 3(a)より、粘性 20 mPa・s では、音源、反射板、基板の間に格子状の音圧分布を持つ音場が形成されていることがわかる。また、音響放射力は

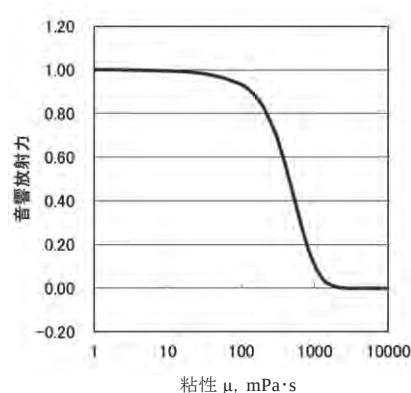


図 2 基板上における水平方向の音響放射力と粘性の関係

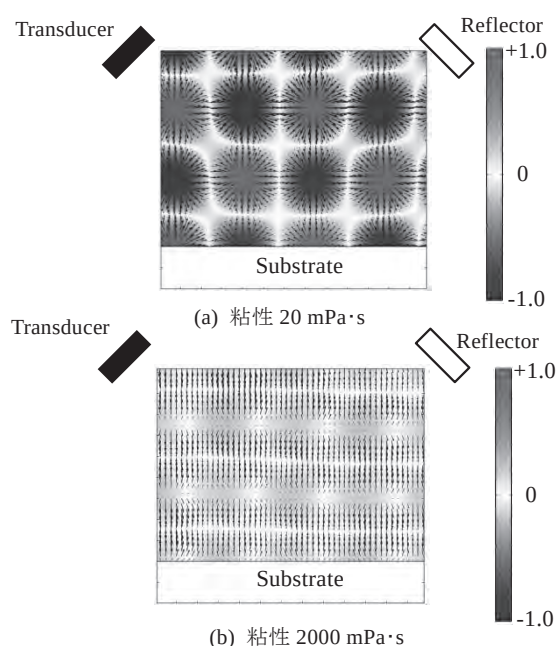


図 3 音圧分布及び音響放射力の向きの FEM 解析結果

音圧の節に集中している。これは、純水中（粘性 $1.0 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ ）における音圧分布及び音響放射力の状態とほぼ同様であり、微粒子を整列できる状態であると考えられる²⁾。一方、図 3(b)より、粘性 $2000 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ では、音圧分布は同じく格子状であるが、音圧は 20 mPa と比べて低い。音響放射力は水平方向はほぼ 0 であり、上下方向に集中している。これは、粘性により超音波が吸収され、定在波を維持できないためであると考えられる。このような状態では、微粒子の整列はできないと思われる。

4.2 砥粒整列試験

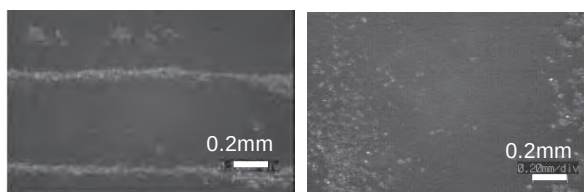
図 4(a), (b)に、それぞれ低粘性 ($20 \text{ mPa} \cdot \text{s}$) 及び高粘性 ($2000 \text{ mPa} \cdot \text{s}$) のメタアクリレート系 UV レジンにおける微粒子列の顕微鏡写真を示す。図 4(a)より、低粘性では、微粒子が直線状に整列している様子がわかる。一方、図 4(b)より、高粘性では、微粒子は整列していない。この結果は図 2 及び図 3 の結果と整合している。

図 5(a), (b)に、それぞれ中粘性 ($200 \text{ mPa} \cdot \text{s}$) 及び高粘性 ($2000 \text{ mPa} \cdot \text{s}$) の PVA 水溶液中における微粒子列の顕微鏡写真を示す。図の点線近傍に見えるのが微粒子列である。その中間に見えるのは、上下方向の音響放射力により上側にトラップされている微粒子である。いずれの粘性においても微粒子が整列しており、図 2 及び図 3 の結果と整合せず、単純に粘性だけで説明できない。高分子溶液の超音波の吸収には特徴的な緩和現象があることが知られている⁵⁾。PVA 水溶液は高粘性であるが、濃度が低く、分子鎖同士の絡み合いが発生しにくい⁵⁾ため、超音波が吸収されず、微粒子の整列が行われたと考えられる。

4.3 硬化・積層試験

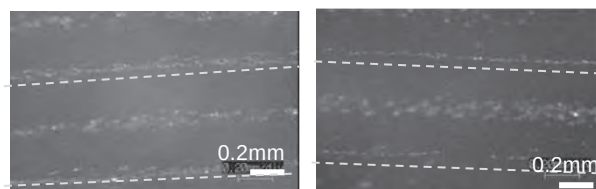
図 6 に、硬化させた UV レジンの外観写真を示す。硬化した樹脂中に、微粒子が直線状に整列している様子がわかる。直線間の距離は約 $600 \mu\text{m}$ であり、音速と反射角度から計算される距離²⁾ とほぼ一致している。

図 7 に、低粘性レジン ($20 \text{ mPa} \cdot \text{s}$) を用いた微粒子の積層試験の結果の断面写真を示す。図の下側が基板であり樹脂は上方向に硬化していく。微粒子は幅約 $100 \mu\text{m}$ 、高さ約 $80 \mu\text{m}$ で積層された状態で硬化されており、微粒子の積層による立体造形が可能であることがわかった。



(a) 低粘性 ($20 \text{ mPa} \cdot \text{s}$) (b) 高粘性 ($2000 \text{ mPa} \cdot \text{s}$)

図 4 メタアクリレート系 UV レジン中における微粒子列の顕微鏡写真



(a) 中粘性 ($200 \text{ mPa} \cdot \text{s}$) (b) 高粘性 ($2000 \text{ mPa} \cdot \text{s}$)

図 5 PVA 水溶液中における微粒子列の顕微鏡写真

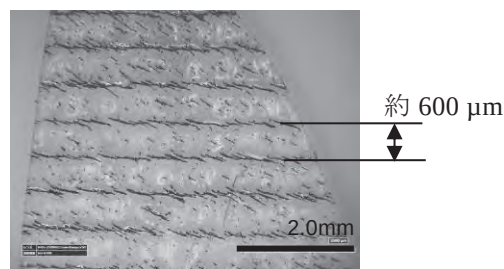


図 6 微粒子列を含む硬化後の UV レジンの外観写真

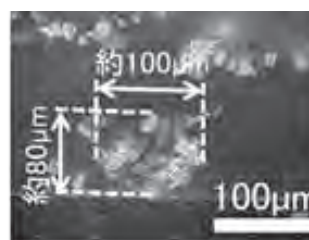


図 7 微粒子列を含む硬化後の UV レジンの断面写真

5 結 言

音響放射力を用いた高粘度溶液中での微粒子の整列及び硬化・積層において、以下のことが分かった。

- 1) メタアクリレート系 UV レジンでは、FEM 解析した粘性の影響と整合し、低粘性 ($20 \text{ mPa} \cdot \text{s}$) で微粒子の整列ができる。
- 2) PVA 水溶液では、高粘性 ($2000 \text{ mPa} \cdot \text{s}$) でも

微粒子の整列が可能であり，粘性の影響が小さい。

- 3) 硬化と整列を繰り返すことにより，樹脂中の微粒子の積層が可能である。

文 献

- 1) 小塚他：電子情報通信学会論文誌．A，基礎・境界 J80-A(10), 1654-1659, 1997-10-25
- 2) 村岡他：第33回超音波エレクトロニクスシンポジウム講演論文集 511-512(2012)
- 3) K. Okano: Repts. Progr. Polymer Phys., Japan, 1, 465 (1970)
- 4) 超音波便覧編集委員会：超音波便覧(1999) 197M.Eic and D.M.Ruthven：Zeolites, 8(1988)40.
- 5) 野村他：液体および溶液の音波物性(1994) 199-218

めっき皮膜／母材界面組成が密着性に及ぼす影響

三井俊明

Influence of Contamination at the Interface between Electroplated Film and Substrate on Their Adhesion

Toshiaki MITSUI

1 緒 言

自動車部品・電気電子部品等のめっきとして Laser Direct Structuring (LDS) などの新しい技術が開発されており¹⁾、それらにはより高品質なもの、特に母材との密着性が高いことが求められている。一方で当センターには、県内の表面処理業者およびそのユーザーから、はく離、ふくれ等のめっき不具合の相談が数多く寄せられており、その原因究明等をさらに支援していく必要がある。

一般にめっき皮膜の密着性についてはテープ剥離試験等が行われるが、定量的に評価する方法があまりなく、その確立が求められている。また、密着不良の原因が存在するめっき皮膜／母材界面を解析することは、電子顕微鏡付属の X 線分析装置 (EDS) 等の既存の分析機器による断面の分析では、原因となる物質の層が非常に薄いため検出が困難であった。

本研究では、不具合を想定して作製しためっき皮膜について、剥離強度試験 (スタッドプル試験) による母材との密着性の定量的評価を検討した。また、平成 27 年度に導入したグロー放電発光分光分析装置 (GD-OES) を用いて、めっき皮膜／母材の深さ方向へのプロファイル解析を行うことで²⁾、界面に極めて薄い層として存在する原因物質の検出を試みた。

2 実験方法

2.1 評価試料の作製

電子基板用表面処理を想定して、銅張積層基板 (ガラスエポキシ FR-4) に約 4 μ m の無電解 NiP めっきを行った (奥野製薬トップ ICP プロセス)。図 1 左に示す全ての処理を実施した他に、不具合を想定して脱脂、ソフトエッチングをそれぞれ省略した試料を作製した。また、自動車用プラスチック部品への表面処理を想定して、めっきグレードの ABS 樹脂に約 0.4 μ m の NiP

めっきを行った (奥野製薬トップメタレートプロセス)。図 1 右の全処理実施の他にクロム酸エッチングを省略した試料を作製した。

2.2 密着性の評価

市販のスタッドピン (Quad Group 製, Al 材, ϕ 2.7mm) をエポキシ樹脂でめっき皮膜に接着した。硬化させる際に銅張積層基板では 150℃ で 30 分加熱し、加熱ができない ABS 樹脂では二液性樹脂を用いて室温で 24 時間放置した。その後、ボンドテスター (Dage 製 Series4000) または精密万能試験機 (島津製作所製 G-100kNX) を用いて、ピンを真上に引っ張りめっき皮膜／母材界面で剥離させるスタッドプル試験によって密着性を評価した。

2.3 めっき皮膜／母材界面の解析

めっき皮膜／母材界面に存在する微量元素を高感度で検出するため GD-OES (堀場製作所製 GD-Profiler2, 図 2) を用いて表面から基板に達するまでのプロファイル測定を行った。エッチング面の形状測定には 3 次元構造解析顕微鏡 (ZYGO 製 New View 7300) を、ABS 樹脂表面の残渣測定には光電子分光分析装置 (アルバック・ファイ製 PHI5600ci) を用いた。

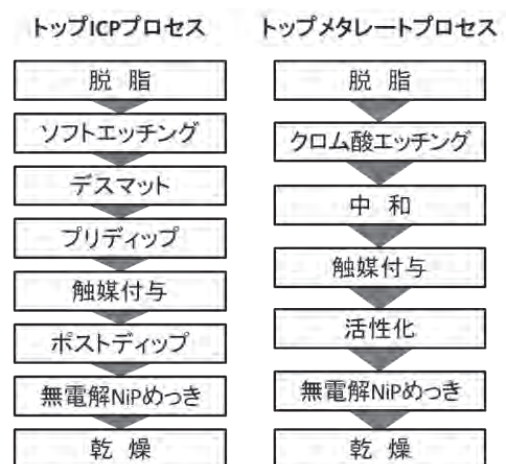


図 1 各めっきの処理工程



図2 グロー放電発光分光分析装置 (GD-OES)

3 実験結果および考察

3.1 めっきの形態

図3aに示すとおり銅張積層基板への無電解NiPめっきでは、脱脂を省略した場合にはめっき皮膜は成長しなかったが、ソフトエッチングを省略した場合には全処理実施時と同様にめっき皮膜が形成された。

一方、図3bのABS樹脂へのNiPめっきでは、クロム酸による前処理を省略した場合もめっき皮膜は同様に形成されたが、エッチングを行った場合より皮膜に光沢があり、角の部分等にめっきされていない箇所が観察された。

3.2 スタッドプル試験結果

各めっき試料についてスタッドプル試験を行

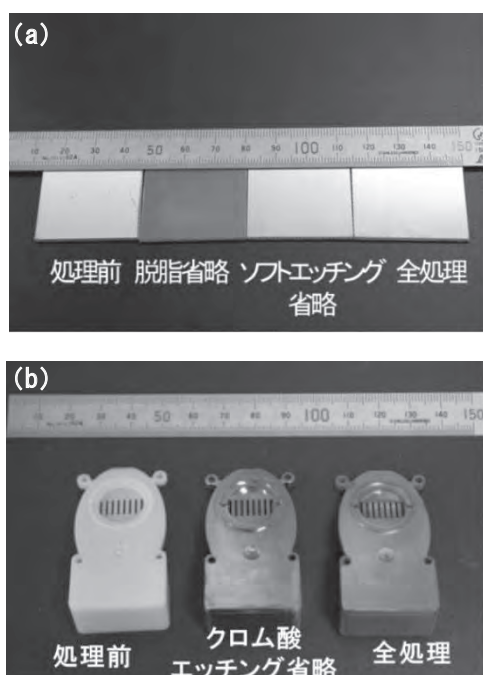


図3 各めっき処理の実験結果

a：電子基板用表面処理，b：プラスチック表面処理

った結果を図4に示す。電子基板用表面処理で前処理を省略した試料では、目視でめっき皮膜が良好に成長した場合でも、密着性が著しく低下することが明らかとなった。一方、プラスチック表面処理については、すべての前処理を行った試料でも20～25Nと低い値であり、さらに前処理を省略した試料は破断力が半分以下に低下していた。これらの結果からスタッドプル試験により密着性を定量的に評価することが可能であり、めっきの前処理の有無が母材との密着性に大きな影響を及ぼすことが分かった。

3.3 めっき皮膜／母材界面組成の解析

3.3.1 電子基板用表面処理

これらの密着性低下の原因を探るため、GD-OESを用いてめっき皮膜／母材界面組成の解析を試みた。GD-OESではエッチングで掘り進めることにより、最大で100μm程度の深さまでプロファイル測定が可能であるが、試料の組成や測定条件により測定エリア内のエッチング速度に偏りが生じて次第に凹状や凸状となり、プロファイルが不明瞭となるため、はじめに各分析条件でエッチング形状を確認した。

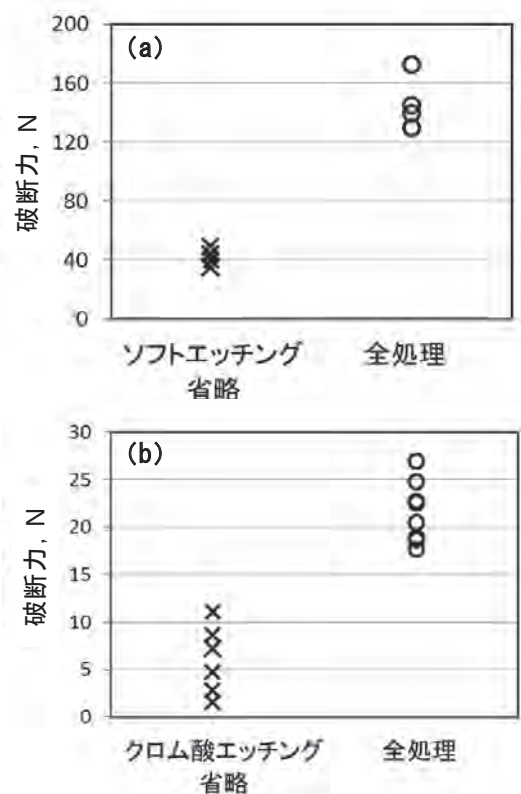


図4 スタッドプル試験による密着性試験結果

a：電子基板用表面処理，b：プラスチック表面処理

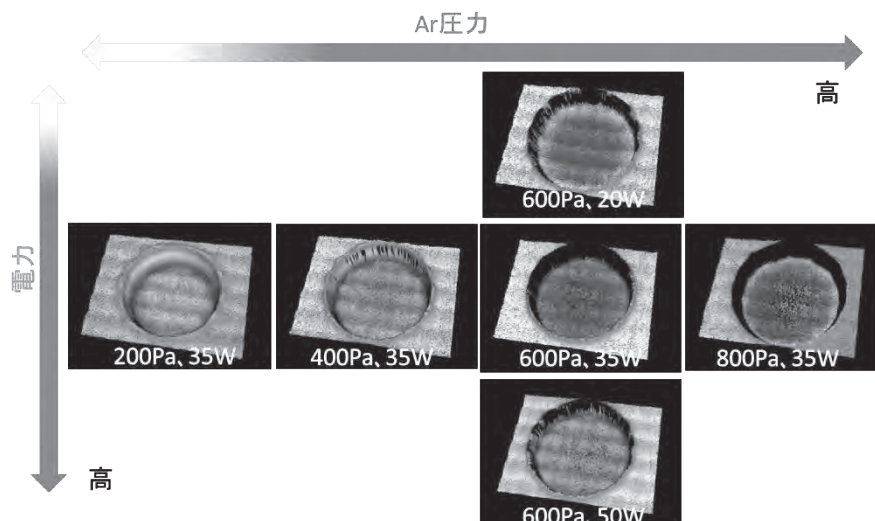


図5 各条件による GD-OES のエッチング面の形状測定結果

エッチングは銅基板に達するまで3～5分程度行った。図5に示すように Ar ガス圧力が 600Pa、電力が 35W のときに最も平滑なエッチング面が得られたため、以下の解析にはこの条件を用いた。

NiP めっきを行った銅張積層基板の GD-OES 分析結果を、前処理をすべて行った試料とソフト

エッチングを省略した試料を比較して図6に示す。何れの条件でも NiP 皮膜は同程度の厚さに成長していたが、水素、炭素、酸素、およびめっきの触媒であるパラジウムについて縦軸を拡大して解析すると、炭素とパラジウムが界面に残留していることが確認できた。特に炭素については全処理を行った場合には約 50ppm、ソフトエッチングを省略した際には約 170ppm であり、エッチングを省略したことで炭素を含む何らかの有機物が除去されず密着性を低下させていると推測される。

3.3.2 プラスチック表面処理

プラスチックのめっきは金属ほどの密着性が得られないため、エッチングにより微細な凹凸を形成してアンカー効果で密着性を上げることが一般に知られている³⁾。今回の実験でも図7に示すように、電子顕微鏡観察によりクロム酸エッチングの前後で表面に微細な凹凸形状が形成されていることが確認され、このことが密着性へ影響を及ぼした主たる要因であると考えられる。めっき不具合の原因調査を行う際にはこれらエッチングの有無を調べる手法が必要になると考えられるため、GD-OES がこの目的に有効であるかを確認した。

めっき前の ABS 樹脂について光電子分光分析装置 (XPS) を用いてナノメートルオーダーの極表面分析を行った結果を図8に示す。クロム酸エッチングをした試料で表面に残留したクロムのピークがわずかに検出された。次に GD-OES で表面からスパッタで除去していった

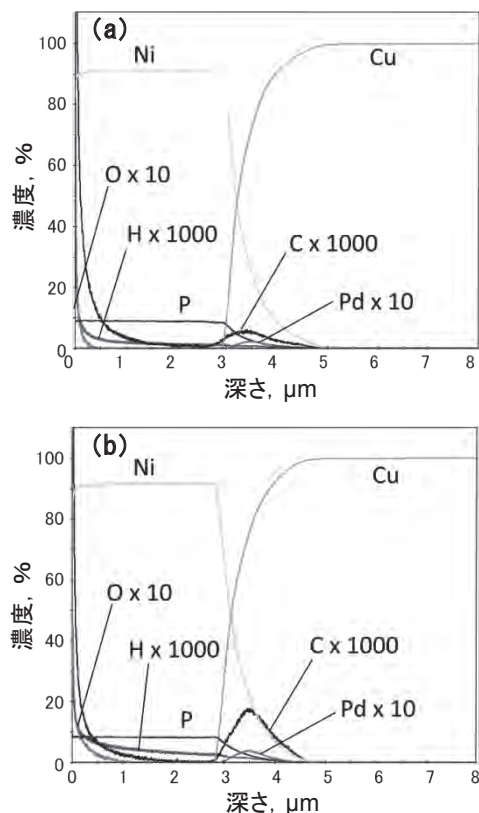


図6 NiP めっき/銅張積層基板の GD-OES 分析結果

a: 全処理, b: ソフトエッチング省略

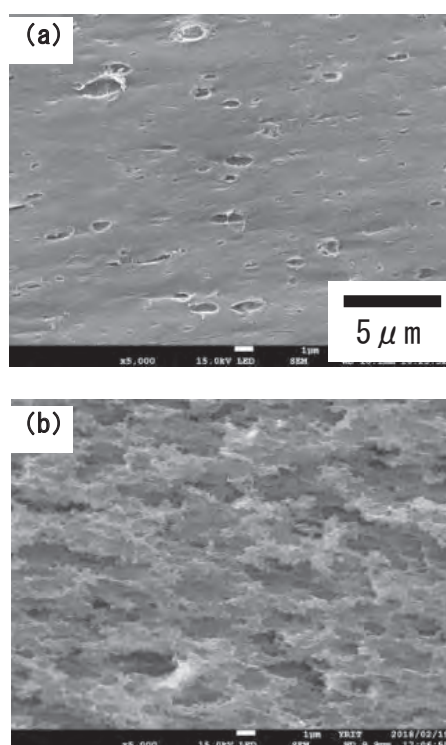


図7 クロム酸エッチングによるABS表面のFE-SEM像

a：クロム酸エッチング省略，b：全処理

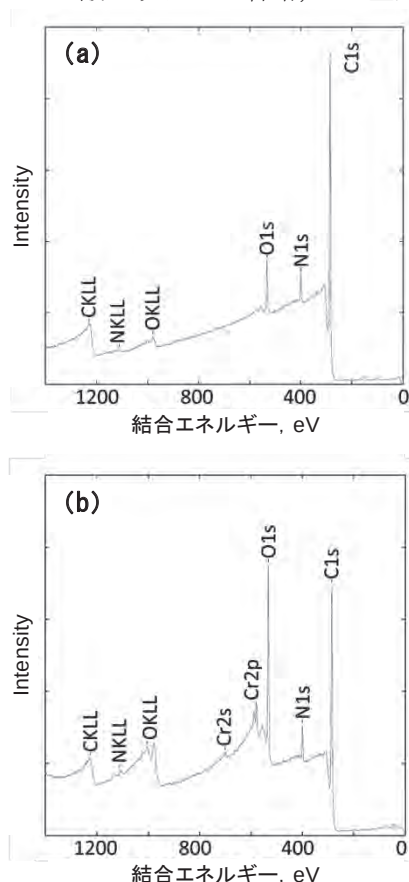


図8 クロム酸エッチングによるABS表面のXPS分析結果

a：クロム酸エッチング省略，b：全処理

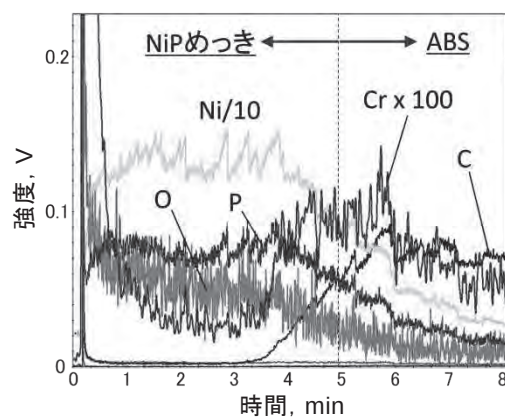


図9 NiPめっき/ABS樹脂のGD-OES分析結果（全処理）

ところ、めっき/ABS樹脂の界面に図9に示すようにごくわずかにクロムの濃縮を検出することができ、GD-OES解析がめっき不具合の原因調査を行う際にクロム酸エッチングの有無を評価する手法として有効であることが示された。

4 結 言

めっき皮膜／母材界面組成と密着性の関係について研究を行った結果、以下のことを明らかにした。

- 1) めっき皮膜／母材界面で剥離させるスタッドプル試験を行い、前処理を省略した条件では、目視でめっき皮膜が良好に成長した場合でも、密着性が著しく低下した。
- 2) 電子基板用表面処理では、GD-OESを用いた解析でソフトエッチングを省略したサンプルの界面にC（炭素）が多く検出され、エッチングで除去されなかった物質が密着性を低下させていると考えられる。
- 3) プラスチック表面処理のGD-OES解析では界面に残留したクロムを検出することができ、クロム酸エッチングの有無を評価する手法として有効であることが分かった。

謝 辞

ABS樹脂を御提供いただいた株式会社チノール山形事業所殿に感謝の意を表します。

文 献

- 1) 日本MID協会第12回定例会要旨集(2014).
- 2) 長瀧敬行, 中出卓男, 森河務：表面技術協会第131回講演大会要旨集, (2015)56.
- 3) 榎本英彦, 村田俊也：表面技術, 59(5)(2008)282.

ブラシ保持用接着剤の高信頼性化に関する研究

齋藤智* 大津加慎教 渡部光隆

Study on Reliability Enhancement of Adhesive for Brush-Holder

Satoshi SAITO* Yoshikazu OTSUKA Mitsutaka WATANABE

1 緒 言

植込みブラシは毛材を接着剤で基材へ担持することで固定するが、現行使用している接着剤は粘度が高いことから毛材間への含浸性が良好ではなく泡抜けも悪く、接着剤の濡れ面積が不十分となり毛材脱落が起きることがあった。またブラシが使用環境下で 80℃ 程度の高温になった際に、毛材の脱落が観察される場合があり、耐熱信頼性が求められていた。併せて、製造工程の観点から冬季における低温硬化時間の短縮も求められていた。これらのことを勘案して、1) 低粘度化による作業性向上、2) 気泡残存率の低減および空隙含浸性の向上、3) 硬化時間の短縮並びに 4) 硬化物のガラス転移点(T_g)の上昇と高温での接着力の向上を目的として接着剤の開発を行った。さらに強度試験結果を元に Weibull 解析を行い、信頼性の評価も行った。

2 実験方法

2.1 接着剤

現行の接着剤に使用している変成成分種及び変成比を変更した接着剤 3 種を調製した。

2.2 示差走査熱量分析 (DSC) による評価

2.2.1 装置

(株)Perkin-Elmer 製の DSC-8500 を用いた。

2.2.2 発熱温度測定

DSC 用のアルミパン中に配合物を約 20mg 入れ、10℃/分の昇温速度で評価した。

2.2.3 ガラス転移点 (T_g) 測定

DSC 用のアルミパン中に配合物を約 20mg 入れ、10℃/分の昇温速度で 200℃ まで昇温して 3 分間保持したものを試料とし、10℃/分の昇温速度で評価した¹⁾。

2.2.4 硬化率評価

DSC 用のアルミパン中に接着剤を約 20mg 入

れ、10℃ および 20℃ 環境で所定時間静置したものを試料とし、10℃/分の昇温速度で単位重量当たりの発熱量を測定した。硬化率を下式 (1) で算出した²⁾。

$$\text{硬化率 (\%)} = (H_0 - H_t) / H_0 \times 100 \quad \cdots (1)$$

H₀: 初期の単位重量当たりの発熱量

H_t: 所定時間後の単位重量当たりの発熱量

2.3 引抜強度試験

2.3.1 装置

(株)島津製作所製の AutoGraph AG-5k NIS を用いた。

2.3.2 試験片

内径 12mm のポリエチレン管に厚さが約 5mm となるように接着剤を入れ、中心にブラシ毛材が垂直となるように設置して 20℃ で 7 日間硬化させた。試験片の内部温度を均一にするため、所定の温度に設定した環境試験機内に 30 分間静置したものを試験に供した。

2.3.3 引抜強度測定

10mm/分の試験速度で最大強度を測定した。試験後に試験片を切断して埋込み深さを測定し、単位長さ当たりの強度 (N/mm) を算出した。

2.4 泡抜け性評価

ポリプロピレン製カップ容器内で接着剤 20g を金属製のへらで 10 秒間攪拌し、内径 20mm のガラス製試験管に注ぎ 23℃ で静置した。その後、硬化後の状態を目視で観察した。

2.5 植込みに係る作業時間評価

接着剤を全量 1800g で配合して 10 個のブラシの製造を行い、計量・混合・注型の各工程に要した時間を計測した。作業は高島産業社の製造担当者同一人が行った。

【平成 29 年度 山形県ものづくり製品化支援事業】

* 高島産業株式会社

3 実験結果および考察

3.1 接着剤の粘度

表 1 に 23℃ での接着剤粘度を示す。改良 1 は、変成分種を変更し変成比を同等程度としたもの、改良 2 は変成分種を同等として変成率を少なくしたもの、改良 3 は改良 2 の骨格構造を一部変更したものである。改良 1 では変成分種を変更したことで現行よりも粘度が約 2000mPa・s 低下した。改良 2 では、変成率を少なくすることで現行よりも粘度が約 3000mPa・s 低下した。改良 3 では分子の骨格構造を変更することでさらに低粘度化し、現行の 40%程度の 3040mPa・s となった。

表 1 23℃ での接着剤粘度 mPa・s

接着剤	現行	改良 1	改良 2	改良 3
粘度	7850	5760	4960	3040

3.2 DSC による評価結果

3.2.1 発熱温度測定および Tg 測定結果

表 2 に昇温時の発熱ピーク温度および硬化物の Tg 測定結果を示す。改良 1 では変成分種を変更したことで Tg が 30℃ 程度低下して 50.9℃ となった。変成率を下げた改良 2 では Tg が 108.8℃ と高くなった。変成率が下がったことで架橋点間距離が短くなったためと推測される。改良 3 では骨格を一部比較的柔軟な構造に変更しているため Tg は 92.5℃ と改良 2 よりも低くなった。改良 1、改良 2 および改良 3 のいずれも発熱ピーク温度は現行よりも低い値を示し、硬化性が向上していると考えられる。

表 2 発熱ピーク温度および硬化物 Tg °C

接着剤	現行	改良 1	改良 2	改良 3
発熱ピーク温度	114.3	108.8	102.2	105.7
硬化物 Tg	80.7	50.9	108.0	92.5

昇温速度：10℃/分

3.2.2 硬化率評価結果

図 1 に 10℃ および 20℃ での硬化率評価結果を示す。現行の硬化率は 10℃ で 48 時間硬化時には 65%，20℃ で 48 時間硬化時には 78% となった。改良 3 の硬化率は 10℃ で 24 時間硬化には 67%，20℃ で 24 時間硬化時には 82% となり、いずれの温度でも、改良 3 では現行で 48 時間経

過した時点での硬化率を 24 時間で上回った。これは改良 3 の立体障害の低い骨格構造に起因しているものと思われる^{3),4)}。

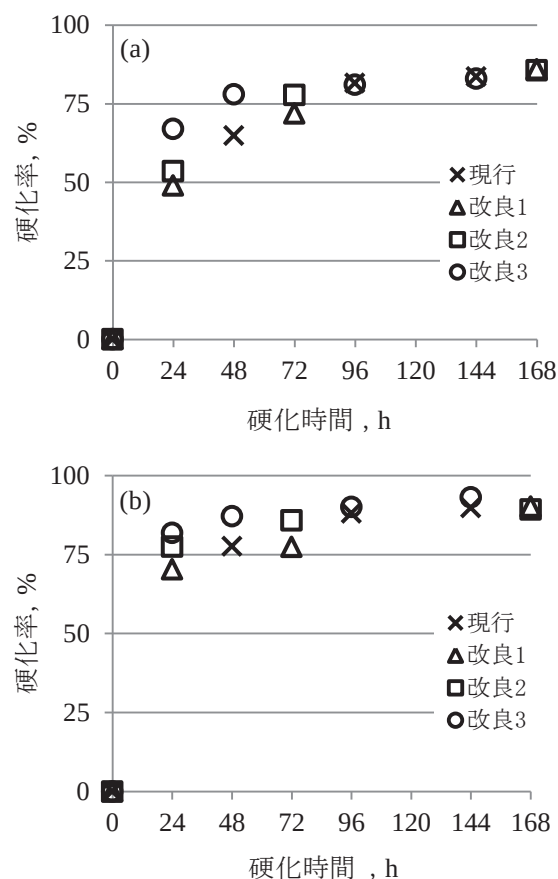


図 1 硬化率評価結果

(a) 10℃, (b) 20℃

3.3 引抜強度試験結果

表 3 に 80℃, 90℃ および 100℃ での引抜強度測定結果を示す。ただし、改良 1 については Tg が 50℃ 程度と現行の 80℃ よりも低かったため試験を行わなかった。また、20℃ での試験ではいずれも約 90N の力でブラシ毛材の破断となった。

改良 2 では、80℃ での強度は現行より低くなった。これは改良 2 は変成率を変更したことにより架橋点間距離が現行に比べて短くなりじん性が低下したためと思われる。しかし、Tg が 100℃ 以上であるため 90℃ 以上での引抜強度は現行よりも高くなった。

改良 3 は比較的柔軟な骨格構造を導入したことでじん性と Tg がともに向上したため、本試験温度範囲では現行よりも引抜強度が高くなったと推測される。

表 3 引抜強度測定結果 N/mm

接着剤		現行	改良 2	改良 3
試験温度	80°C	15.7	13.6	18.1
	90°C	11.8	12.7	14.8
	100°C	7.7	10.7	10.3

試験速度：10mm/分

中央値ランクによる現行および改良 3 の 80°C, 90°C および 100°C における Weibull 作図を図 2 に示す。改良 3 が現行よりも高い引抜強度であることが判る。80°C ではプロットの傾きがほぼ同じであるが、90°C では現行の傾きが小さくなっている。これは現行の Tg である 80.7°C を超えた温度となっているためと考えられる。

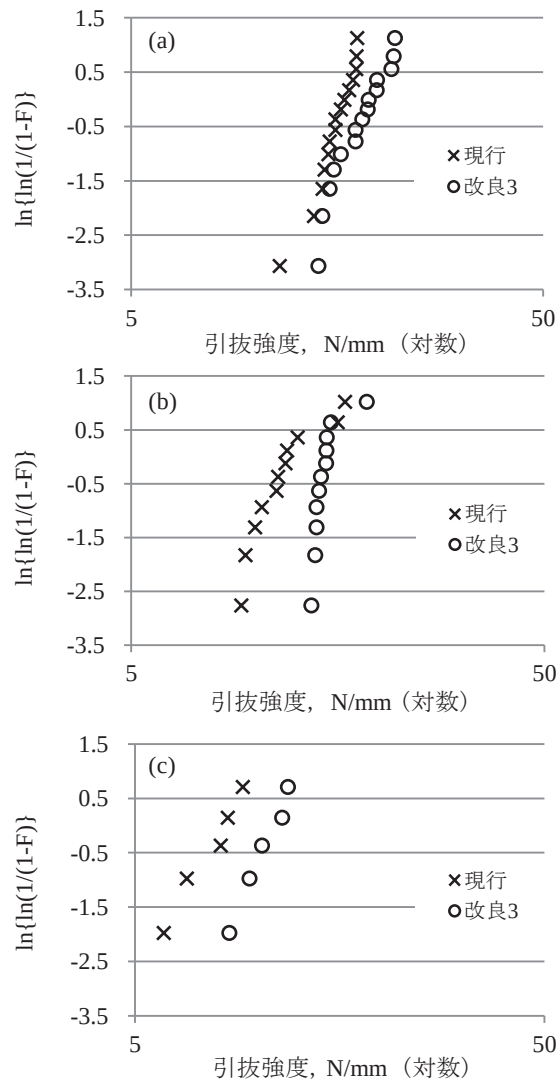


図 2 引抜強度の Weibull 作図
(a) 80°C, (b) 90°C, (c) 100°C

表 4 Weibull 作図により得られたパラメーター

接着剤	温度	m	η	γ
現行	80°C	10.1	16.5	0.0
	90°C	5.0	13.1	-0.2
	100°C	5.3	8.3	0.0
改良 3	80°C	8.0	19.3	-0.1
	90°C	11.1	15.7	-0.2
	100°C	5.7	11.0	-0.1

図 2 の作図を基に得られた形状パラメーター m, 尺度パラメーター η および位置パラメーター γ の値を表 4 に示す。温度が高くなるに従い η が小さくなり、低い力でも不良率が高くなることが予想される。

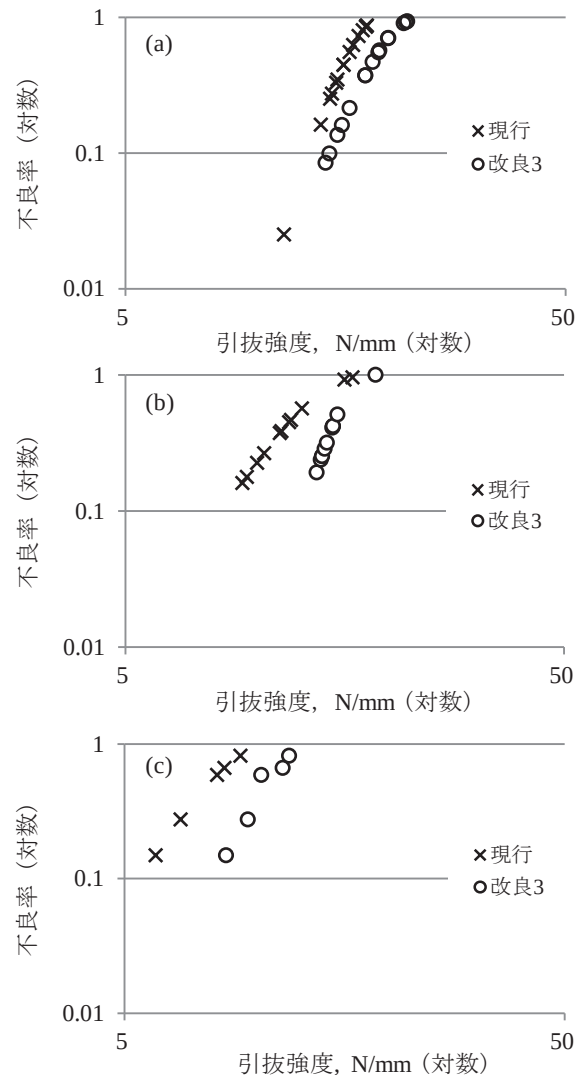


図 3 不良率作図
(a) 80°C, (b) 90°C, (c) 100°C

図 3 に得られた各パラメーターを基にした不良率作図を示す。

表 5 に作図を基に、現行と改良 3 の不良率が 100 万分の 1(ppm)および 10 億分の 1(ppb)となる埋込み深さを計算した結果を示す。信頼区間からは逸脱するものの、各温度での任意のブラシ毛材の脱落率が計算できる。

表 5 作図を基にした埋込み深さ計算値 mm

接着剤	現行		改良 3	
	ppm	ppb	ppm	ppb
80°C	6.7	7.0	6.2	6.5
90°C	8.3	9.1	5.6	5.9
100°C	9.1	9.9	8.8	9.4

表 6 にはブラシ毛材の短直径、長直径および短径と直径の和（短長径和）を 56 か所で測定して変動係数を求めた結果を示す。ブラシ毛材は楕円状の扁平な形状をしており、それぞれ測定した径の変動係数が 0.08 程度以上であった。

表 6 ブラシ毛材の短径、長径および変動係数

	短径	長径	短長径和
最小値 mm	0.96	1.59	2.88
最大値 mm	1.33	2.52	4.02
平均値 mm	1.15	2.19	3.30
標準偏差	0.093	0.206	0.275
変動係数	0.080	0.094	0.083

引抜強度は接着面積である埋込み深さと周長の積に比例すると考えられる。ブラシ毛材断面が楕円形状とすると、周長は短長径和と円周率の積に近似できる。不良率作図では接着面積の変動をも含包していると考えられるが、接着面積に影響を与える短長径和の変動係数を考慮した安全率を設けるとより良いと考えられる。

表 7 安全率を考慮した埋込み深さ計算値 mm

接着剤	現行		改良 3	
	ppm	ppb	ppm	ppb
80°C	7.3	7.7	6.8	7.1
90°C	9.1	10.0	6.1	6.5
100°C	10.0	10.8	9.6	10.3

表 7 に安全率を考慮して計算した埋込み深さを示す。使用環境が 100°C となった場合にでも、10mm 程度の埋込み深さであれば、毛材の脱落はほぼ回避できると推測される。

3.4 泡抜け性評価結果

現行および改良 3 についての評価試験体写真を図 4 に示す。現行は泡抜けが悪く微細な気泡が硬化物中に残存しており、不透明な外観となった。比較的大きな気泡も気相界面に確認できた。改良 3 は硬化物の外観も透明で気泡の残存がほぼ確認できなかった。気相界面での比較的大きな気泡の量も少なかった。

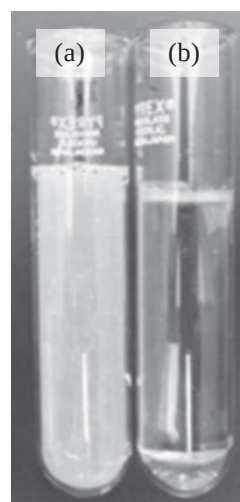


図 4 泡抜け性評価結果

(a) 現行, (b) 改良 3

3.5 毛植込みに係る作業時間評価結果

現行を用いた際には 60 分を要したが、改良 3 を用いた際には 50 分で作業を完了した。作業を行った製造担当者は改良 3 を使用するのは初回であったため、作業の馴化が進めば、さらなる工程時間短縮の可能性がある。図 5 に作製したブラシの接着剤の含浸状態を確認するために、切断した断面を観察した写真を示す。現行では、毛材の空隙に 1mm 未満の気泡の存在が観察されたが、現行 3 では気泡はほぼ観察されず良好な含浸状態であった。また、現行では毛材が集合している部分では十分に接着剤への埋込み深さを確保できていない箇所も観察されたが、改良 3 では埋込み深さは確保されていた。粘度低減によって含浸性が向上したことが起因していると考えられる。

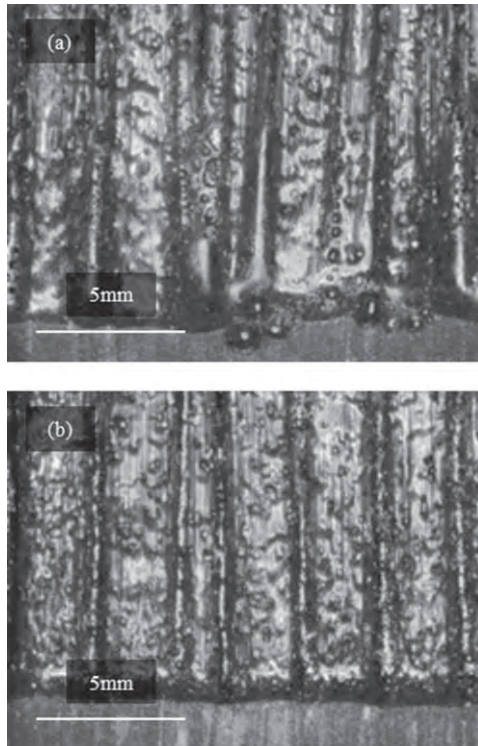


図 5 ブラシ毛材間への接着剤の含浸状態
(a) 現行, (b) 改良 3

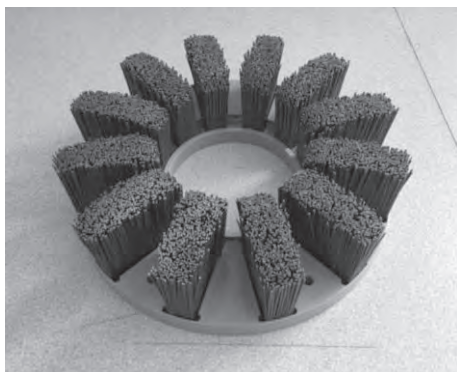


図 6 植込みブラシ試作品の外観
ブラシ毛材間への含浸性は、ブラシ毛材間の

空隙率が同じで侵入圧力因子である接着剤の自重に影響する接着剤厚さが同じと仮定すると、樹脂の粘度の逆数に比例⁵⁾するため、含浸性は現行(7850mPa・s)と改良 3(3040mPa・s)の粘度比である 2.5 倍程度に上昇していると考えられる。埋込深さを 10mm として別途作製した植込みブラシ試作品の外観を図 6 に示す。

4 結 言

植込みブラシ用接着剤の信頼性向上について、接着剤の変成成分種、変成比ならびに分子骨格構造を変更することで改良を行い、現行に比べて以下の結果が得られた。

- 1) 60%程度の低粘度化
- 2) 気泡残存率の低減および空隙含浸性の向上
- 3) 48 時間相当の硬化率を 24 時間で達成
- 4) 10°C 超の硬化物のガラス転移点(Tg)の上昇による高温での接着力の向上
- 5) Weibull 解析によるブラシ毛材の最適な埋込深さの設定
- 6) 製造工程の所要時間を 83%に短縮

文 献

- 1) JIS K 7121 : プラスチックの転移温度測定方法(1987).
- 2) JIS K 7148-1 : プラスチックーエポキシ樹脂ー示差走査熱量測定(DSC)による硬化度の測定法(2015).
- 3) 加門隆, 斎藤勝義: 高分子論文集, 40(1983), p.745.
- 4) K. Horie, H. Hiura, M. Sawada, I. Mita, H.Kanbe : J. Polym. Sci., A-1, 8(1970), p.1357.
- 5) Kazumasa KAWABE et.al, J. Soc. Mat. Sci., Japan, 47(1998), No.7, p. 735.

青苧の精練加工および生皮苧との混紡によるニット素材への検討

平田充弘

Degumming of Ramie and Application for Knit Yarn Blending with Silk

Mitsuhiro HIRATA

1 はじめに

苧麻（ラミー）の木質部と表皮を除いた靱皮部分は、青苧と称され、手織糸に利用されている。かつて、青苧は上杉藩の特産物であり、麻織物の素材としても用いられたが、現在では、南陽市、大江町などで僅かに栽培されている状況である。一方、工業的な麻紡績では、苧麻に含まれるペクチンなどのガム成分を除き、繊維軸方向に揃った繊維束（スライバー）が必要となるが、精練加工先やカード加工先は殆ど国外に移ってしまっており、国内で当該技術を有する企業も僅かとなっている。

こうした中、平成 27～29 年度技術開発・改善事業「麻および絹の捲縮加工による春夏素材の開発」では、山形県産の青苧と生皮苧を混ぜ合わせ、地域性の高い製品に結び付けることを目的とした。特に、山形県内の企業を中心に、青苧の精練処理で脱ガム処理にマーセル化加工を組み合わせ、セルロースの結晶構造を変えることで、ニット用の紡績糸の作製に向け取り組んだ。

マーセル化加工は、濃厚アルカリ溶液への浸漬処理として知られ、アルカリセルロースを経て再配列した結晶構造（セルロースⅡ型）は、処理前の結晶構造（セルロースⅠ型）と異なる特徴がある¹⁾。この結晶構造の解析としては、広角 X 線散乱（WAXS）測定が広く用いられているが、一般にエネルギーを増強したり、ビーム径を狭めたりすることが難しく、単繊維の測定は困難とされている。本報告では、放射光施設による青苧のマーセル化処理前後の X 線散乱測定結果、並びに単繊維と紡績糸の特性評価について述べる。

2 実験方法

2.1 供試材

青苧は、苧麻の木質部、最外皮を除いた靱皮部を大江町の青苧復活夢見隊から入手した（図 1）。生皮苧は、鶴岡シルク株式会社からスライバーを入手した。



図 1 青苧

2.2 青苧の脱ガム・マーセル化処理

青苧の脱ガム処理は既報に基づき行った²⁾。その後、青苧 3 kg を浴比 1 対 20 にて 120 g/L 苛性ソーダ溶液に常温で 10 分間浸漬させ、マーセル化処理した。中和後、10 g/L アニオン性界面活性剤の水溶液を用い、給油処理した。

2.3 青苧の放射光による WAXS 測定

放射光測定は、兵庫県 SPring-8 のビームライン BL24XU にて行った。広角 X 線散乱（WAXS）測定は、10 keV (0.124 nm) の X 線を縦 5 μm 、横 4 μm に集光した後、30 秒/点で試料に照射し、試料からのカメラ長 113 mm で配置した検出器（PILATUS-100K）へ 0.172 mm/pixel で 2 次元投影（330 × 487 pixels）を行った（図 2(A)）。試料は、SUS 製スライドホルダの穴に縦に青苧をメンディングテープで固定して作成した（図 2(B)）。X 線照射は、モニターで偏光像を確認しながら、1 試料あたり子午線方向に 50 μm 間隔で 5 点、赤道方向に 10 μm 間隔で 3 点行った（図 2(C)）。

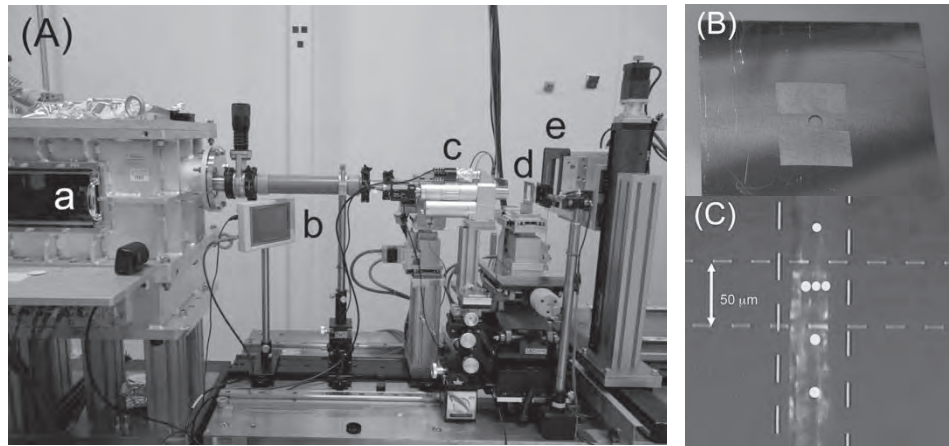


図2 SPring-8における青苧の広角 X 線散乱測定：(A)装置構成；a 集光素子，b モニター，c 偏光顕微鏡，d 試料，e 検出器，(B)試料，(C)青苧の偏光像；● X 線照射部

2.4 青苧の繊維・初期引張抵抗度・伸長弾性率の測定

何れも JIS L 1015 に準拠して行った。繊維 (μm) は、予め密度 (g/cm^3) を測定してから求めた。試験機は、(株)柴山科学器械製作所製 密度勾配管法 直読式 比重測定装置 A 型を使用した。まず、重液に関東化学(株)製テトラクロロエチレン (99.0%)，軽液に関東化学(株)製リグロイン (90.0%) を用い、低密度液と高密度液を配合して作成し、これをガラス製円筒管に流速 10 mL/min 以下で混ぜ合わせながら勾配液を作成した。この勾配液に標準密度球 5 点 (1.310, 1.320, 1.330, 1.340, 1.350 g/cm^3) を投入し、それぞれの沈降深さ (mm) から検量線を作成し、同様に測定した試料の沈降深さ (mm) から密度 (g/cm^3) を試験数 2 回の平均から求めた。繊維 (μm) は、試験機に Texttechno 製 FAVIGRAPH を用い、振動法で 30 回測定した値 (dtex) を上記の試験で得た密度 (g/cm^3) を用いて平均を求めた。初期引張抵抗度 (GPa) は、つかみ間隔 20 mm, 引張速度 20 mm/min にて試験数 30 回で得られた強度 (cN) を上記の測定で得た繊維 (μm) を用いて平均を求めた。伸長弾性率 (%) は、つかみ間隔 20 mm, 引張速度 10 mm/min にて、A 法は 3%伸長後、直ちに荷重を取り除いた時の残留伸び (mm) を試験数 10 回で、B 法は 3%伸長後、1 分間保持後、荷重を取り除いた時の残留伸び (mm) を試験数 5 回で測定して平均を求めた。

2.5 青苧の複屈折度の測定

複屈折度は、偏光顕微鏡に(株)ニコン製 ECLIPSE LV100N POL を用いて測定した。単色フィルタ (546 nm)，ベレック・コンペンセーターを顕微鏡に挿入し、富士フィルム和光純薬(株)製シナムアルデヒド (98.0%, n_d 1.62) に含浸した青苧を観察して、明視野のクロスニコル下にした後、コンペンセートされた時の角度 (a , b) を求め、ここからレタデーション (R) を算出し、繊維直径で除することで複屈折度 (Δn) を求めた (式 1)。

$$\left. \begin{aligned} \Delta n &= R / d \\ R &= f(i)C \\ f(i) &= \sin^2 i (1 + 0.204 \sin^2 i) \\ i &= (a - b) / 2 \end{aligned} \right\} \text{式1}$$

$$\left[\begin{array}{l} d: \text{厚み}(nm) \\ C: \text{光学定数} \\ a, b: \text{コンペンセーターの角度}(a > b) \end{array} \right]$$

2.6 混紡糸の番手・強伸度・撚り数の測定

何れも JIS L 1095 に準拠して行った。メートル見掛番手は、枠周 1 m の(株)日立製作所製 繰返機を用い、100 m のかせ 25 本を作成し、質量から平均して求めた。強伸度は、試験機に東洋ボールドウィン(株)製環境試験機を用い、つかみ間隔 20 cm, 引張速度 20 cm/min にて、試験数 50 回の平均から求めた。より数は、三筋機械(株)製ペンジュラム形試験機を用い、B 法にて試験数 30 回の平均から求めた。

3 実験結果および考察

3.1 青苧の放射光による WAXS 測定結果

精練処理した青苧の単繊維を SPring-8 で WAXS 測定して得られたハロー状の 2 次元画像は、脱ガム処理のみの青苧 (A) と脱ガム処理にマーセル化を行った青苧 (B) において赤道方向に顕著に違いがあった (図 3)。そこで、赤道方向の散乱強度を扇形に積分し、空気散乱成分を除去した後、散乱角 (2θ) に対する強度を繊維直径方向に 3 点スキャン測定した場合 (図 4)、繊維軸方向に 5 点スキャン測定した場合 (図 5) で比較した (図 3 は図 4, 5 の $0\ \mu\text{m}$ に該当)。繊維直径方向と繊維軸方向に測定した結果において、何れもピークの形状は同様であった。一方、散乱強度は、繊維軸方向はおおよそ一致しているのに対し、繊維直径方向はややばらつきが見られ、繊維の太さに起因していることが示唆された。

天然セルロースの代表的な結晶構造であるセルロース I 型の赤道線方向の X 線散乱は、散乱角 (2θ) が (101) 面は 14.9, ($10\bar{1}$) 面は 16.6, (002) 面は 22.8 にピークが観測されるが、脱ガム処理のみの青苧 (A) も 14.9, 16.3, 21.3

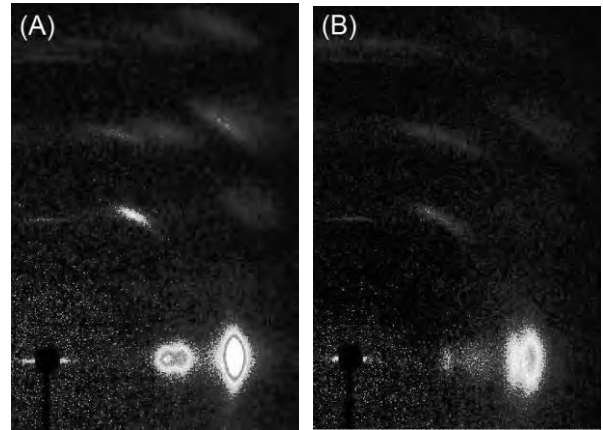


図 3 WAXS 測定による 2 次元散乱像：(A)青苧（脱ガム処理）、(B)青苧（脱ガム処理/マーセル化）

にピークが観測され、同様の構造であると認められた。一方、マーセル化セルロースの結晶構造であるセルロース II 型の赤道線方向の X 線散乱強度は、散乱角 (2θ) が (101) 面が 12.0, ($10\bar{1}$) 面が 20.0, (002) 面が 21.5 にピークが観測されるが、脱ガム処理にマーセル化を行った青苧 (B) は、12.8, 15.7, 19.3, 20.6 にピーク観測された。15.7 はセルロース I 型の ($10\bar{1}$) 面のピークに起因することから、セルロース

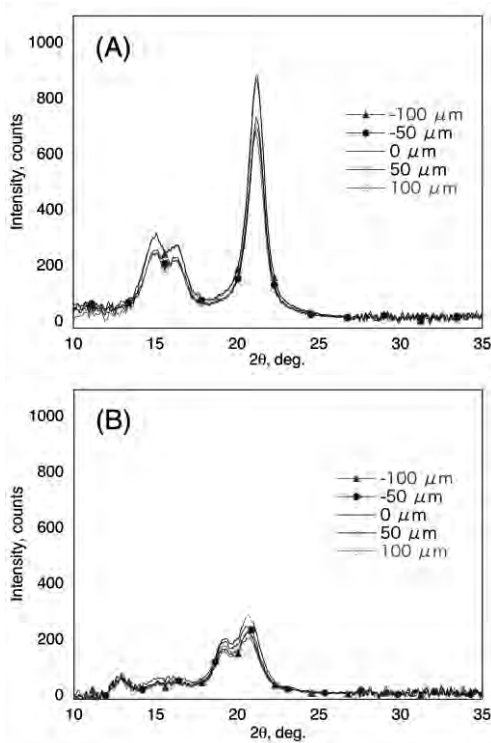


図 4 青苧を繊維軸方向に定点 WAXS 測定した散乱強度：(A)青苧（脱ガム処理）、(B)青苧（脱ガム処理/マーセル化）

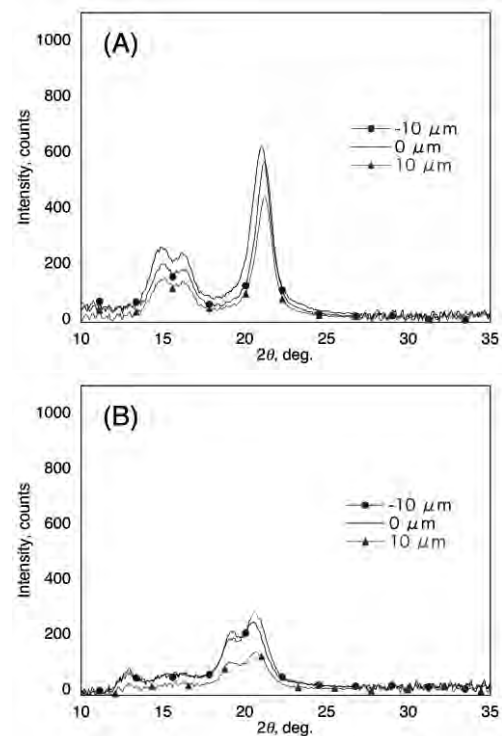


図 5 青苧を繊維直径方向に定点 WAXS 測定した散乱強度：(A)青苧（脱ガム処理）、(B)青苧（脱ガム処理/マーセル化）

表 1 精練条件による青苧の特性変化

精練条件	脱ガム処理	脱ガム処理/ マーセル化
密度	1.54 g/cm ³	1.50 g/cm ³
繊度	23.4 μm	24.2 μm
破断強度	967 MPa	551 MPa
初期引張抵抗度	30.7 GPa	6.9 GPa
伸長弾性率(A 法)	50.9%	47.1%
伸長弾性率(B 法)	55.1%	30.8%
複屈折度	0.0167	0.0160

Ⅱ型にセルロースⅠ型が一部混在した構造をとっているのではないかと考えられる。

結晶化度は、X線散乱データを Wave Metrics 社製 IGOR pro ver. 6.12J を使い、ガウス関数でピーク分離を行い（結晶部）、6次の多項式で無定形領域を分離し（非晶部）算出した。脱ガム処理のみの青苧は 76.1%、脱ガム処理にマーセル化を行った青苧は 39.2%となり、マーセル化によって非晶部が増加したことが認められた。

3.2 青苧の単繊維の特性評価

青苧のマーセル化によって、繊度は若干増加し、密度は若干低下したが、アルカリ膨潤の影響によると示唆された（表 1）。さらに、マーセル化した青苧の破断強度、初期引張抵抗度（ヤング率）は、脱ガム処理のみの青苧に対し、それぞれ約半分、4分の1となり、マーセル化による特性変化が認められた。マーセル化した青苧は、複屈折度も若干低下していることから、特性変化は非晶部の増加に起因すると考察した。一方、伸長弾性率は、伸長後の保持時間によって傾向が異なり、保持時間がない場合（A 法）は、脱ガム処理のみの青苧が低くなったが、1分間保持した場合（B 法）は、マーセル化した青苧が低い結果となった。これについては、保持時間と回復性の関係をさらに調べることを考えている。

3.3 混紡糸の特性評価と可編成

脱ガム処理にマーセル化を行った青苧をトウ切断後、カード工程を経てスライバーを作成し、紡績工程を経て 1/19.5 糸、約 1 kg を得ることができた（表 2）。紡績糸の強度は、編成に十分で

表 2 青苧/生皮苧の紡績糸の特性

混用率	麻 100%	絹 70% 麻 30%
番手	19.5	23.7
撚り数	Z 420.7/m	Z 454.0/m
伸度	4.3%	6.1%
強度	550 cN	600 cN

あったが、伸度はやや低い値であった。そこで、脱ガム処理にマーセル化を行った青苧 2 kg をトウ切断し、生皮苧スライバー 4 kg を混合してカード加工を行い、混紡スライバーを紡績することで、1/23.7 糸 3.8 kg を得ることができた。横編機の可編成は 2 本取り 7 ゲージが適正であり、セーター 1 着を作製することができた。

4 まとめ

本研究で得られた知見は、以下のとおり。

- 1) 脱ガム処理した青苧は、マーセル化を行うことで、非晶部が増大し、初期引張抵抗度を低減させることができる。
- 2) マーセル化した青苧と生皮苧スライバーの混合カードを経て得た 1/23.7 糸は、7 ゲージ横編機で S 撚り 2 本取り、Z 撚り 2 本取りにて、平編組織の編成が可能である。

謝 辞

SPring-8 での測定は、(公大)兵庫県立大学産学連携・研究推進機構放射光ナノテクセンターの協力を得て行った。精練加工は東北整練㈱、カード加工は㈱東北イノアック、紡績加工は月山紡績㈱、ニット編成は(有)奥山メリヤスの協力を得て取り組んだ。ここに記し関係各位に謝意を表する。

文 献

- 1) A. Isogai and M. Usuda : SEN-I GAKKAISHI, 46(1989)324.
- 2) C. Meng, F. Liu, Z. Li, C. Yu : Text. Res. J., 86(2016)1109.

県産紅花加工技術の高度化と染色工業への応用

平田 充弘

Improvement of Safflower Processing and Application for Machinery Staining

Mitsuhiro HIRATA

1 緒 言

「もがみべにばな」は、山形県立農業試験場が在来種から系統分離した品種である。現在、山形県紅花生産組合連合会では、花卉の加工品（干花）である紅もち（花餅）、すり花、乱花（散花）を取り扱っている。摘み取った花卉を乾燥させたのが乱花であるが、天日干しと屋内乾燥で色相が大きく異なる。天日干しの乱花は、よく知られる赤褐色を呈し、昔から薬用に用いられているが、屋内乾燥の乱花は黄色味が強く、紅花茶の原料として好まれている。一方、紅もちやすり花は、摘み取った花卉を洗って黄色色素を除き（花振り）、湿潤下で2、3日蒸らし（花寝せ）、紅もち煎餅状に潰すのに対し、すり花は摺り固めて成形後、天日干しを行う。この花寝せでは、花卉に葎などを被せ、適宜、水分を加えるが、花卉が次第に赤味を増してくる様を「醗酵」と称している¹⁾。また、花寝せの時間加減は難しく、古来、寝せ過ぎて黒色に転じたものは「花流れ」と称し、劣悪品にされており、紅花加工品の品質が安定しない原因の一つとなっている。

紅花の赤色色素は、カルタミンというカルコン骨格の配糖体が2量化した構造をとるが、黄色色素の1つであるサフラワイエローBより生成される²⁾。このサフラワイエローBは、加水分解後、黄色色素のサフロミンAとその残存物に分かれるが、残存物が2量化し、前駆体（プリカーサー）を経てカルタミンとなる（図1）。こうした中、小野寺らは、サフラワイエローBに酵素を加えて酸化還元を行うことで、人為的にカルタミンを増量させる方法を提案している³⁾。

平成27～29年度技術開発・改善事業「県産紅花加工技術の高度化と染色工業への応用」（以下、本研究）では、小野寺らの報告を参考に乾燥花

弁に酵素を添加することで、醗酵が行われるか検証した。紅もちは、生花を加工して行われるが、乾燥花卉でも加工が可能となれば、加工性の向上が期待できる。

また、筆者らは、近年カチオン化ウールの紅花染めに取り組んできたが^{4,5)}、中白になったり、色斑が発生したりする点が、課題となっている。今回、ゼータ電位と粒径測定による赤色色素の特性評価、均染剤の添加系による染色性を調べた。また、得られた条件を元に機械染色への応用も検討した。

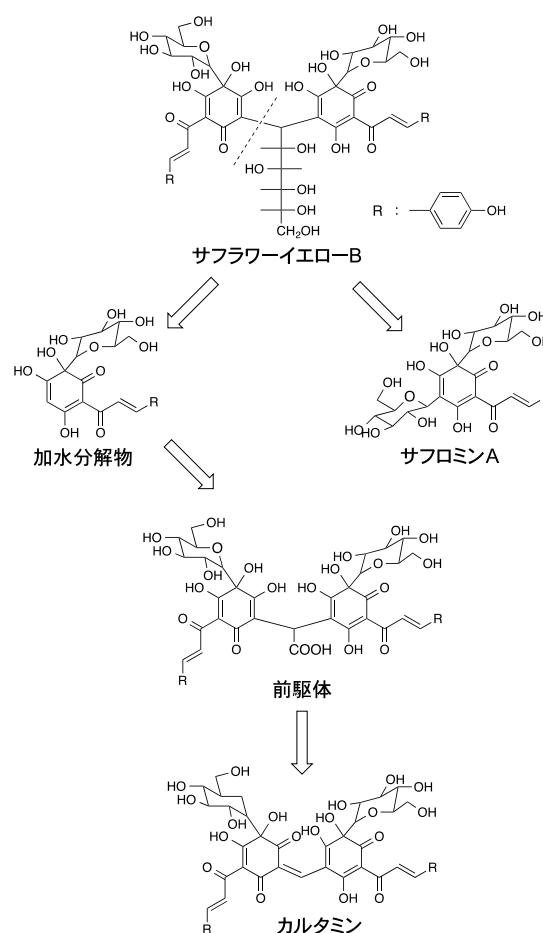


図1 カルタミンの生成経路²⁾

2 実験方法

2.1 酵素添加による紅花花弁の加工試験

2.1.1 供試材・機器

D(+)-グルコースは関東化学(株)製(98.0%), スクラージェ®Sは三菱ケミカルフーズ(株)製, グリオキシシル酸1水和物は和光純薬工業(株)製, ホースラディッシュ(パウダー)はエスビー食品(株)製を用いた。乾燥は、(株)いすゞ製作所製 強制循環式恒温器 CF24S を用いて行った。紫外可視分光光度計は、(株)島津製作所製 Multi Spec-1500 を用いた。

2.1.2 乾燥花弁(乱花)の作成方法

紅花は、山形県農業総合研究センター圃場で試験栽培されたもがみ紅花の花弁を摘み取った。得られた花弁は、恒温器を用い、50℃にて48時間処理後、デシケーター中に保管した。

2.1.3 乾燥花弁の酵素処理の方法

酵素処理の一例を以下に記す。ピーカーに乱花 5.0 g, 純水約 50 mL を加え 30 分静置した。湿潤した乱花を取り出し、グルコース 0.1 g, スクラージェ S® 1.0 g, ホースラディッシュ 0.1 g, グリオキシシル酸 0.5 g を加えて、よく混ぜた後、シャーレに設置し 40℃で3日間、静置した。その後、直径約 3 cm の円形に丸め押し潰した後、50℃で1日乾燥した。

2.1.4 赤色色素含有量の測定方法

三角フラスコに紅もち 0.5 g, アセトン水溶液 (v/v) (アセトン : 水 = 80 : 20) 100 mL を加え、40℃にて30分間、振とうを行い、ガラスフィルターにてろ過後、ろ液 5 mL を 5 倍に希釈し、紫外可視分光光度計を用いて吸光度を測定した。赤色色素含有量は、黄色色素の最大吸光度 (410 nm) と赤色色素の最大吸光度 (510 nm) を 2 波長分光光度法によって係数補正を行い⁶⁾、水分補正も行った後、標準のカルタミンから作成した検量線から求めた。

2.2 カチオン化ウールの紅花染めの適正化

2.2.1 供試材・機器

ウールはスケールオフ処理されたトップ糸を既報により、カチオン化処理してから用いた⁴⁾。紅花赤色色素は、既報により、紅もちから抽出を行った⁴⁾。均染剤は明成化学工業(株)製ユニガール TZ-11 を用いた。ゼータ電位測定は大塚電子(株)製 ゼータ電位・粒径測定システム ELS-Z、

染色試験機は Mathis 製 Labomat BFA-8, 分光測色計は X-Rite 製 SP88 を用いた。

2.2.2 染色および評価方法

染色はトップ 2 g, 所定量の均染剤, pH 5 に調整した紅花赤色色素溶液 200 mL をステンレスピーカーに加え、染色試験機に設置し、所定温度で回転速度 5 rpm にて 30 分間処理して行った。染色したウールトップ糸の表面染色濃度 (K/S_{520nm}) は、分光測色計で測定して得られた分光反射率から求めた(式 1)。染色堅ろう度試験は、耐光は JIS L 0842 第 3 露光法, 汗は JIS L 0848, ドライクリーニングは JIS L 0860 A-2 法に準拠して行なった。

$$K/S_{520nm} = \frac{[1 - R_{520nm}^2]}{2R_{520nm}} \quad \text{式1}$$

$$\begin{cases} K : \text{吸光係数} \\ S : \text{散乱係数} \\ R : \text{分光反射率} \end{cases}$$

3 実験結果および考察

3.1 酵素添加による紅花花弁の加工試験

紅花花弁に含まれる色素は、品種によって異なるが、「もがみべにばな」では、黄色色素総量(サフラワイエローA, サフラワイエローB, サフラワイエローC)が約 60%, カルタミンは約 0.4~0.6%とされている³⁾。小野寺らは、この黄色色素のうち、半分程度を占めるサフラワイエローBを酸化還元酵素とアルデヒドを用いてカルタミンに変換する方法を提案している。今回は、実用に適したコストや条件を検討するため、酵素にホースラディッシュ、スクラージェ®Sを使用し、アルデヒドにはグリオキシシル酸を選定した。また、小野寺らは中国新疆産と中国雲南産の乾燥花弁へ酵素処理を行い、酵素未添加の系に対し、赤色色素含有量がそれぞれ約 2.5 倍、約 7 倍多かったと述べている。

今回、ホースラディッシュおよびスクラージェ®Sによる紅花花弁の処理では、セルロースパウダーを未添加にし、脱液後に静置させて行なった。特に、「花寝せ」にあたる工程は、浸液中では赤色色素が全く増加しなかったことから、湿潤状態で空気と接触させる必要があると考えられる。酵素処理後 48 時間後の花弁は、酵素未

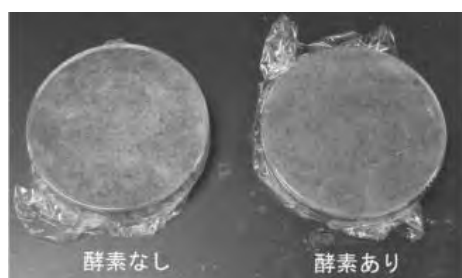


図2 酵素添加 48 時間後の紅花花卉

添加の系に対し、色相が変化したことが認められる(図2)。酵素処理後、常法にて紅もちを作製し、乾燥後に赤色色素含有量の測定を行なった。グリオキシル酸の添加量を変えて試験を行なってみたところ、グリオキシル酸の増加に伴い、赤色色素含有量は減少したことから、2 量化が阻害されている可能性が示唆された(図3)。ただし、小野寺らの報告に対し、酵素処理による赤色色素の増量割合が小さいため、ホースラディッシュやスクラーゼ®S の量が適正でないなど、更なる処理条件の検討も必要と考えられる。

3.2 カチオン化ウールの紅花染めの適正化

紅花赤色色素(カルタミン)の水溶液の pH4.0, 6.9, 9.0 における吸光度は、それぞれ 523, 506, 492 nm で最大を示す。このことは、溶液の色相変化だけでなく、溶解性にも関係している。紅花赤色色素のゼータ電位や粒径を調べた結果、pH により大きく変化した(図4)。ゼータ電位測定の結果、等電点はおおよそ pH 7 であった。粒

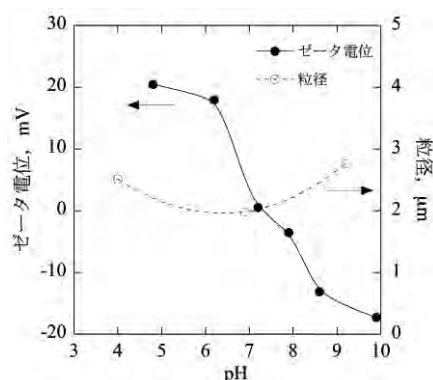


図4 紅花赤色色素の pH によるゼータ電位と粒径の変化

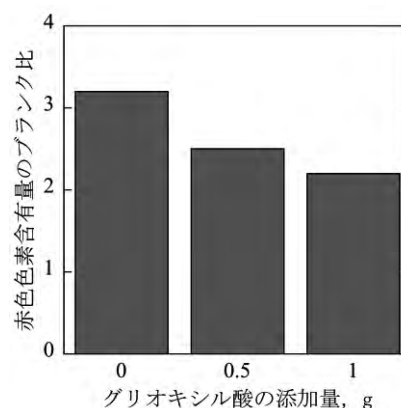


図3 紅花花卉の酵素処理におけるグリオキシル酸の添加量に対する赤色色素含有量の関係

径は、それぞれ pH 4.0, 6.9, 9.2 において 2.51, 1.98, 2.76 μm を示し、pH 6.9 で最小だった。粒径は、キュムラントによる平均値であるが、他の方法による検証も求められる。

紅花赤色色素は、湿潤下における耐熱性に乏しく、染色は常温以下で行う必要がある。また、一般に濃色には重ね染めで対応するが、ウールの染色ではフェルト化(縮充)にも注意が必要となる。濃色化の方法として、第四級アンモニウム塩による化学修飾(カチオン化)が知られているが、ハロヒドリン基をもつ第四級アンモニウム塩による処理では、通常、苛性ソーダを用いることから、タンパク繊維では加水分解が生じ易い。こうした中、筆者らは繊維損傷を低減し、濃色化にも効果があるカチオン化剤とその処理方法を提案している⁷⁾。

今回、このカチオン化ウールの紅花染めにおいて、界面活性剤の添加効果を調べた。界面活性剤は、アニオン性が良好であったため、1.0 g/L で染色温度を変えて処理を行い、染色トップ糸

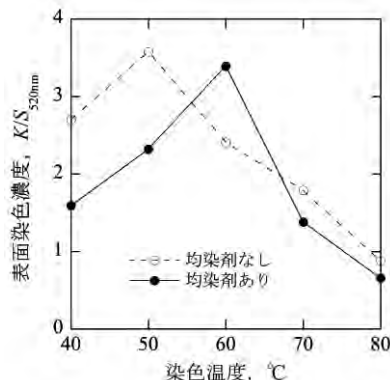


図5 ウールの紅花トップ染めの染色温度と染色トップ糸の表面染色濃度の関係

表 1 紅花染めウールトップ糸の染色堅ろう度 (色差 ΔE_{ab})

項目		均染剤あり	均染剤なし
耐光	変退色	24.0	25.2
	汚染 (綿)	6.3	13.8
汗 (酸性)	変退色	5.6	5.8
	汚染 (綿)	6.3	13.8
汗 (アルカリ)	変退色	5.5	10.3
	汚染 (綿)	7.6	28.2
ドライクリーニング	変退色	8.1	4.4
	汚染 (綿)	7.9	5.1

の表面染色濃度 (K/S_{520nm}) を調べた (図 5)。均染剤なしの場合、50 °C で最大となり、60 °C 以上で減少傾向にある。これに対し、均染剤ありの場合、60 °C で最大となり、70 °C 以上で減少傾向を示した。60 °C 以下で両者を比較すると、均染剤を添加した系では、均染剤と色素の相互作用によって、染色速度の低下による緩染効果が生じている可能性が考えられる。トップ糸の染色堅ろう度を調べると、アルカリ性の汗に対する堅ろう度において、変退色、汚染とも均染剤の添加した方が、色差が小さい傾向にあった。この原因には、均染剤なしの場合、色素が繊維表面への染着に留まっているのに対し、均染剤を添加した系では、緩染効果によって内部への浸透性が向上したことが挙げられる。このことは、染色トップ糸の断面を観察することでも違いを確認できた。また、均染剤によって、耐光堅ろう度は向上しないものの、耐ドライクリーニングは良好を保持した。

カチオン化ウールトップ糸 3 kg は、オーバーマイヤー染色機で紅花染めを行った後、4/2/12 (Z 65/m) 糸に紡績加工を行った。湿潤下における耐熱性が乏しいためか、真空セット時に一部退色が認められた。紡績糸を用いて 30 才のカットパイル組織に製織した織物の表面は、未染色部分がなく、内部まで色素が浸透したことが考えられた。

4 結 言

本研究で得られた知見は、以下のとおり。

- 1) ホースラディッシュ、スクラーゼ®S による紅花乾燥花卉の処理は、グリオキシル酸未添加により、ブランク比約 3 赤色色素を増量することが可能である。
- 2) アニオン性界面活性剤添加によるカチオン化ウールの紅花トップ染めは、内部拡散が上昇し、湿潤堅ろう度が向上する。

謝 辞

トップ染めは橋本毛織(株)、紡績加工は佐藤繊維(株)、カーペット製織はオリエンタルカーペット(株)の協力を得て取り組んだ。ここに記し関係各位に謝意を表する。

文 献

- 1) 今田信一：改訂 最上紅花史の研究，高陽堂書店，1979，27 頁．
- 2) J. Onodera, K. Kawamoto, S. Matsuba, S. Sato, H. Kojima, Y. Kaneya, H. Obara : Chem. Lett., (1995)201.
- 3) 小野寺準一，佐藤慎吾，柏木敏夫，磯部哲宏：特開平 9-77984.
- 4) 平田充弘，小関隆博，渡邊健：山形県工業技術センター報告，44(2012)11.
- 5) 平田充弘，渡邊健，向俊弘：山形県工業技術センター報告，45(2013)24.
- 6) 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.
- 7) 平田充弘，渡邊健：特開 2015-020952.

発酵と官能センシング評価を活用した新規低塩漬物開発（第2報）

後藤猛仁 対馬里美 菅原哲也 石塚健 松田義弘*

The Development of Low Salt New Pickles with Fermentation and Functional Sensing Evaluation (2nd Report)

Takehito GOTO Satomi TSUSHIMA Tetsuya SUGAWARA Ken ISHIZUKA Yoshihiro MATSUTA

1 緒 言

漬物は、山形県の特産品として多種多様な製品があるが、出荷額は平成11年をピークに減少している¹⁾。これは、近年の健康志向から食塩の摂取量を減らす動きが強まり、食塩を多く含んでいるイメージの強い漬物が敬遠されていることが一因と考えられる。このため、漬物製造会社では、低塩化あるいは無塩化に向けた取り組みがなされているが、微生物の増殖、食味変化などの課題があり、その解決策が求められている。

前報²⁾では、漬物の低塩化、無塩化に原料農産物の凍結脱水が有効であること、乳酸菌を用いた微生物増殖抑制などについて報告した。本報では、その実用化を図るため、企業と連携して漬物を試作、品質を評価したのでその結果について報告する。

2 実験方法

2.1 供試原料

本研究に使用した農産物はキュウリ、ダイコン、ウメであり、主に山形県産品を使用した。

2.2 凍結脱水

農産物は200mg/L次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素濃度)に浸漬した後、超音波処理(10min)を行い、流水で洗浄した。これを-20℃もしくは-80℃で凍結し、室温で解凍したものを家庭用漬物容器により押し荷重5kgfで圧搾、脱水した。

2.2.1 漬物試作

キュウリ、ダイコンを使用した試作は、A社およびB社と連携して行った。原料農産物を凍結脱水する際、腐敗菌増殖抑制のため、バクテリオシン生産乳酸菌 *Lactococcus lactis* (NBRC12007) を添加した。乳酸菌は、Trypticase

Soy Broth と Yeast extract の混合培地を用いて 10^7 個/ml となるように前培養し、これを遠心分離(5000rpm, 5min)で上清を除去、菌体に蒸留水5mlを加え懸濁したものを添加した。凍結脱水した野菜は、10℃以下に保ったまま連携企業に提供し、A社ではしょうゆ漬、B社では味噌漬を試作した。

ウメを使用した試作は、C社と連携して行った。凍結脱水したウメを10℃以下に保ったまま提供し、C社にて梅酢を使用した下漬、赤シソを使用した本漬、熟成(3ヶ月)を行った。

2.3 試作品の品質評価

試作した漬物の味は、試料に2倍量の蒸留水を加えてホモジナイズし、ろ過(アドバンテック No.5A)したろ液を試料液とし、味覚センサー(株式会社インテリジェントセンサーテクノロジー SA402B)を用いて評価した。評価項目は、旨味、旨味コク(旨味の後味)、塩味、酸味、苦味、苦味雑味(苦味の後味)、渋味、渋味刺激(渋味の後味)とした。

塩分濃度は、試料をホモジナイズ後、1%(v/v)塩酸を用いて抽出を行い、原子吸光光度計(株式会社島津製作所 AA-7000F)によりナトリウム濃度を分析し、それに2.54を乗じた食塩相当量とした。

2.4 保存性試験

試作品を15℃、冷暗所に3ヶ月以上静置し、一般細菌数と大腸菌群の測定を行った。培地は、日水製薬株式会社製の標準寒天培地とデゾキシコレート寒天培地を使用した。色の測定は、分光測色計(コニカミノルタ株式会社 CM-2500d)を用いて、図1に示す測色箇所を定期的に測定し、 $L^*a^*b^*$ 表色系を用いて色差 ΔE を求めた。

2.5 総ポリフェノール測定

総ポリフェノール量は、試料の80%メタノー

【平成27年度～平成29年度 やまがたフードセンシング活用事業】

*公益財団法人山形県産業技術振興機構

ル抽出液について、フォーリン・チオカルト法により測定し、クロロゲン酸相当量とした。

3 実験結果および考察

3.1 キュウリ、ダイコンしょうゆ漬の試作

図1にA社で試作したしょうゆ漬の外観および測色箇所を示す。この試作品と、市販のキュウリしょうゆ漬とダイコンしょうゆ漬の塩分濃度を図2に、味覚センサーで測定した結果を図3示す。一般的なしょうゆ漬の塩分濃度は2.5～5.0%(平均値3.8%)とされているが³⁾、試作品の塩分濃度は2.1%であった。また、試作品は低塩であるにもかかわらずキュウリしょうゆ漬以上の塩味を示し、これは酸味と辛味を追加するA社独自の調味液に、塩化ナトリウム以外の塩化物が含まれていたためと思われる。

さらに、保存試験においては15℃保管品、冷蔵所保管品いずれも3ヶ月以上色差に大きな変化はなく(図4)、一般細菌数は300個/g未満、大腸菌群陰性であった。

今回のしょうゆ漬試作では、凍結脱水したキュウリ、ダイコンを用いることにより、風味、外観、保存性を低下させることなく低塩化できることが分かった。

3.2 ダイコン味噌漬の試作

図1にB社で試作した味噌漬の外観、図5に試作品、B社の既存品および他社のダイコン味噌漬市販品の塩分濃度を示す。試作品の塩分濃度は市販品よりも低く、既存品の半分以下であった。また、図6に味噌漬の味覚センサーによる測定結果を示す。試作品は既存品よりも酸味が少なく、旨味コクのみが他の味より相対的に大きな値を示し、市販品は酸味のみが大きな値を示した。試作品には凍結脱水したダイコン、既存品と市販品には乳酸発酵した塩蔵ダイコンが使用されており、これが酸味に大きな差異を生じた原因と考えられる。

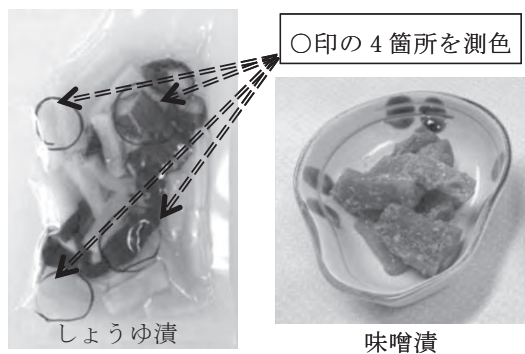


図1 漬物試作品

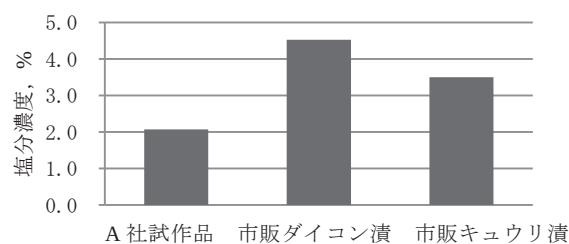


図2 しょうゆ漬試作品と市販品の塩分濃度

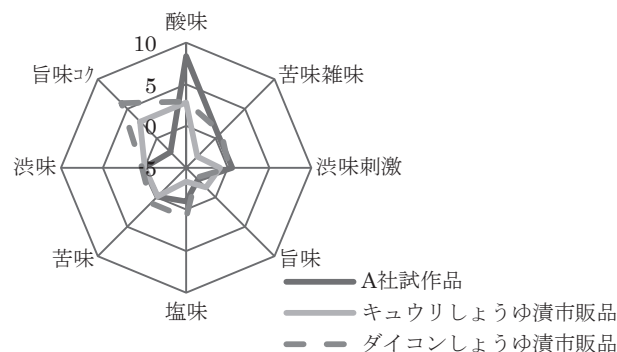


図3 しょうゆ漬試作品の味覚センサーによる評価

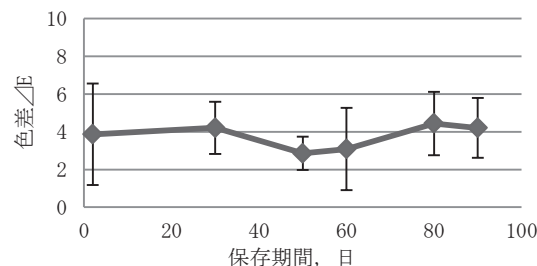


図4 しょうゆ漬試作品の保存中の色差変化
(結果は平均値±標準偏差 n=4)

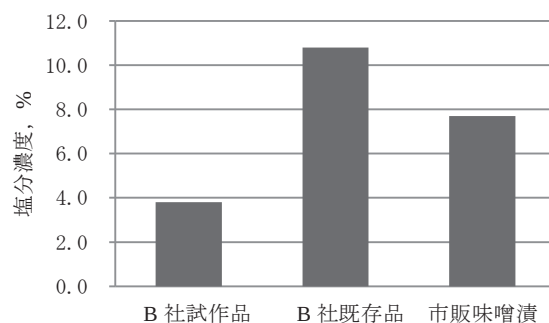


図5 味噌漬試作品の塩分濃度

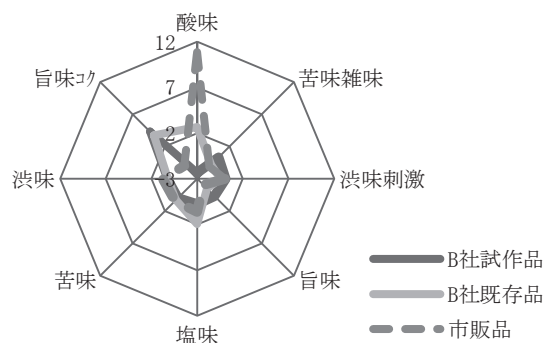


図6 味噌漬試作品の味覚センサーによる評価

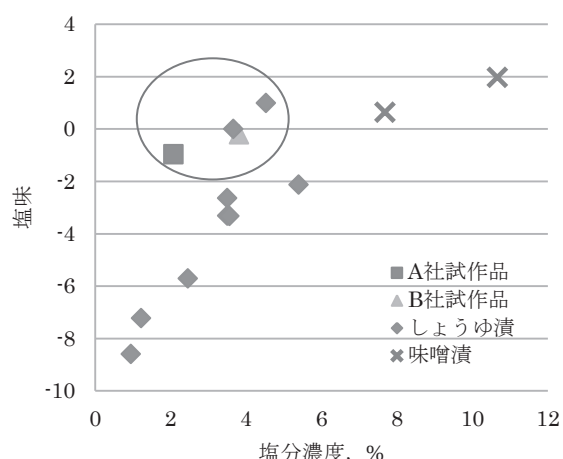


図7 しょうゆ漬，味噌漬の塩分濃度と塩味

3.3 しょうゆ漬，味噌漬の塩分濃度と塩味

図7にA社およびB社の試作品，市販のしょうゆ漬，味噌漬それぞれの塩分濃度と味覚センサーによる塩味の関係を示した。本研究では塩分濃度が低く，塩味は高い値を示すような漬物の開発を目的としていた。したがって，A社とB社の試作品は，図7の左上に位置し（図7の円内），本研究の目的に合致したものとなっている。

3.4 ウメ漬の試作

図8にウメ漬の試作品，既存品の外観を示す。また，試作品，既存品および市販のウメ漬の塩分濃度を図9，総ポリフェノール量を図10に示す。試作品は，塩分濃度が7.9%であり，既存品の塩分濃度（15.5%）の約半分に減塩されており，今回比較したいずれの市販品よりも塩分濃度が低かった。このことから，試作に用いた方法は，減塩ウメ漬の製造に有効であることが示唆された。

図11にウメ漬の試作品，既存品，市販品の味覚センサーによる測定結果を示す。試作品は，やや酸味が強く，苦味雑味が少ない傾向が見られた。これは，脱塩工程の必要がなく，ウメ本来の有機酸が残ったため酸味が高くなり，凍結脱水により，苦味を感じさせるポリフェノール類が流出，減少したため（図10），苦味雑味が低くなったと推測される。

また，試作品の保存試験を行ったところ，15℃保管品，冷蔵所保管品いずれも3ヶ月経過しても一般細菌数 300 個/g 未満，大腸菌群陰性で，その他の異常も見られなかった。



図8 ウメ漬試作品(左)と既存品(右)

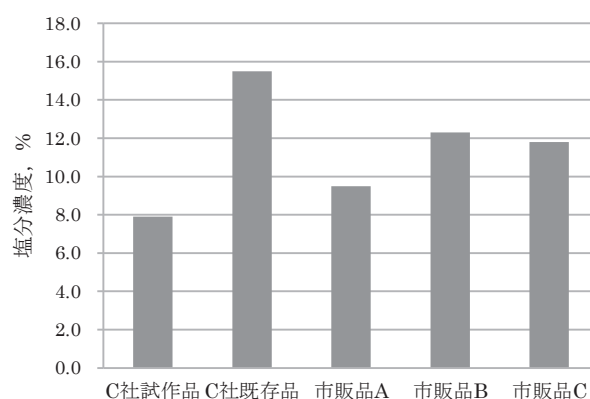


図9 ウメ漬の塩分濃度

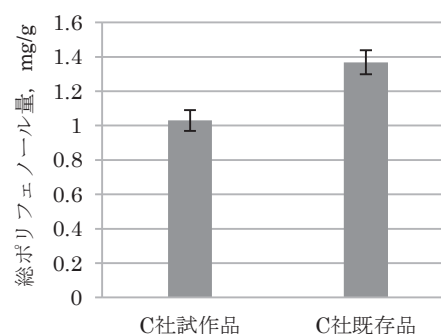
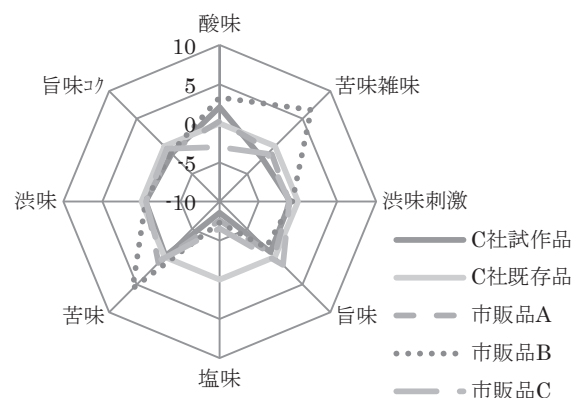
図10 ウメ漬試作品の総ポリフェノール量
(結果は平均±標準偏差 n=4)

図11 ウメ漬試作品の味覚センサーによる評価

4 結 言

本研究では、凍結脱水法、バクテリオシン生産乳酸菌を利用した漬物の低塩化技術の実用化を図るため、試作と評価を行い、以下の知見を得た。

- 1) 凍結脱水法、バクテリオシン生産乳酸菌を使うことにより、風味、外観、保存性を低下させることなく、低塩化することが可能で、しょうゆ漬、味噌漬、ウメ漬など様々な味付けに応用できることが分かった。
- 2) 試作したしょうゆ漬、味噌漬は、塩分濃度が低く、味覚センサーによる味評価で塩味が低下していないことが分かった。
- 3) 試作した漬物の保存性を微生物試験と色差測定により評価した結果、ダイコンしょうゆ漬とウメ漬は、3ヶ月以上経過しても色味の

劣化や腐敗菌の増殖がないことが確認された。

謝 辞

本研究は、株式会社本長、羽黒・のうきょう食品加工有限会社、櫛引農村工業農業協同組合連合会らの協力の下に実施した。ここに記し関係各位に謝意を表する。

文 献

- 1) 経済産業省：野菜漬物（野菜漬物含む）出荷額「工業統計表 平成25年確報品目編」
- 2) 後藤猛仁，菅原哲也，松田義弘，石塚健：山形県工業技術センター報告，No48(2016)102
- 3) 全日本漬物協同組合顧問 小川敏男：「食塩と漬物」食塩の働きと食文化的考察.p1

プラズマガス-バブルによる食品非加熱殺菌技術の開発

後藤猛仁 菅原哲也 石塚健 吉木宏之*

Development of Non-heat Sterilization Technology for Food by Plasma Gas-bubble

Takehito GOTO Tetsuya SUGAWARA Ken ISHIZUKA Hiroyuki YOSHIKI

1 緒 言

食品製造において、原料農産物の品質を低下させることなく非加熱で殺菌する技術は、品質向上と安全性確保に重要である。現在、最も広く用いられているのは、次亜塩素酸ナトリウムによる薬剤殺菌であるが、薬剤の特性上、殺菌対象物や使用方法に制約があるため¹⁾、新たな非加熱殺菌技術の開発が望まれている。

そこで、新たな非加熱殺菌技術として、プラズマガスを水中で微細気泡化し、生成されるラジカルやオゾン処理液中にバブリングする方法を検討し(図1)、大腸菌、枯草菌、酵母等の殺菌に効果があることを確認した²⁾。しかし、実際の農産物に対する殺菌効果の知見が少なく、実用化には殺菌効果の確認が必要になっていた。

本研究では、プラズマガス-バブルによる農産物の殺菌効果について検証したので報告する。

2 実験方法

2.1 供試原料

実験に使用した農産物はモヤシとキュウリであり、いずれも市販の国産品を使用した。

2.2 プラズマガス-バブル処理

プラズマガス-バブル処理は、図2に示す装置(鶴岡工業高等専門学校所有)を使用した。この装置は、剣山電極部にエアーを導入(流量5L/min)すると共に、パルス電圧を印加することで電極間にプラズマを生成する。生成したプラズマガスを上部の殺菌槽へ送り、溶液中にバブリングした。殺菌処理は、農産物100gに対し、1Lの処理液で行った。処理液には蒸留水、10% (v/v) エタノール溶液、1% (w/v) クエン酸溶液、1% (v/v) 酢酸溶液、100mg/L 次亜塩素酸ナトリウム溶液(以下すべて濃度は有効塩素濃度)を使用し、処理時間は5min~30minとした。プラズマガス-バブル処理は未洗浄のモヤシと

キュウリを使用し、モヤシはそのまま、キュウリは半分もしくは約10gとなるよう輪切りにして試験に供した。また、農産物を処理液に10min~30min浸漬したものを対照とした。

2.3 殺菌効果の確認

プラズマガス-バブル処理による殺菌効果を確認するため、処理後のモヤシ、キュウリの一般細菌数と大腸菌群を測定した。培地は、日本製薬株式会社製のコンパクトドライ TC、コンパクトドライ CFを用いた。



図1 プラズマガス-バブル殺菌機序

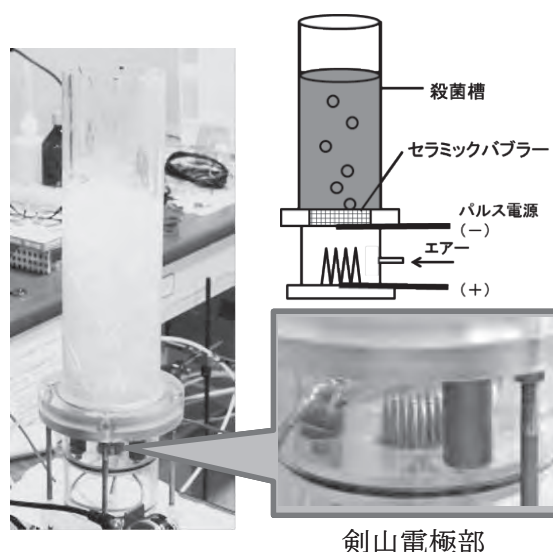


図2 プラズマガス-バブル殺菌装置と概念図

【平成29年度 若手チャレンジ研究課題】

* 鶴岡工業高等専門学校

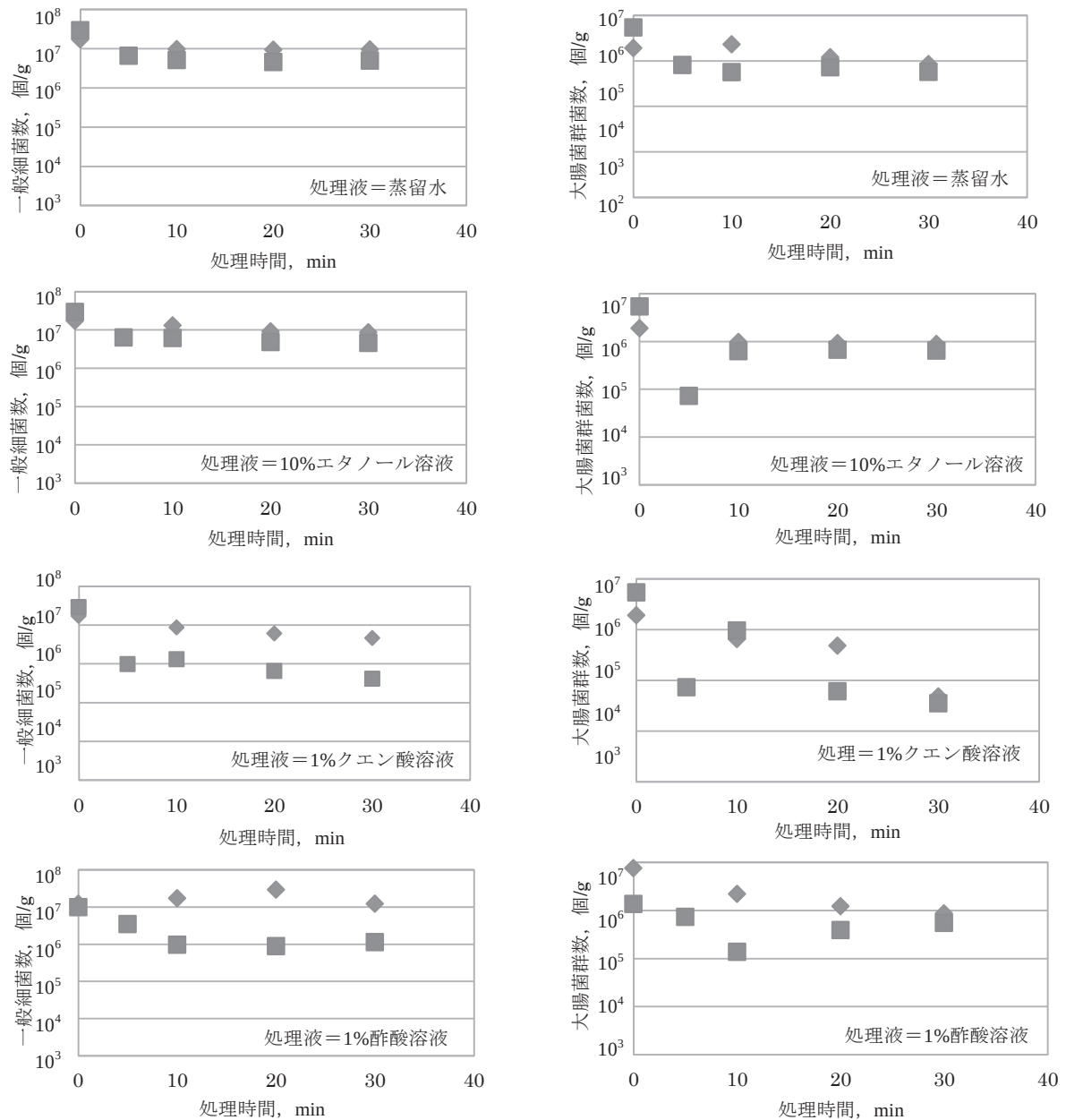


図3 モヤシのプラズマガス-バブル処理による一般生菌数，大腸菌群数の変化

◆ プラズマガス-バブル処理無し ■ プラズマガス-バブル処理有り

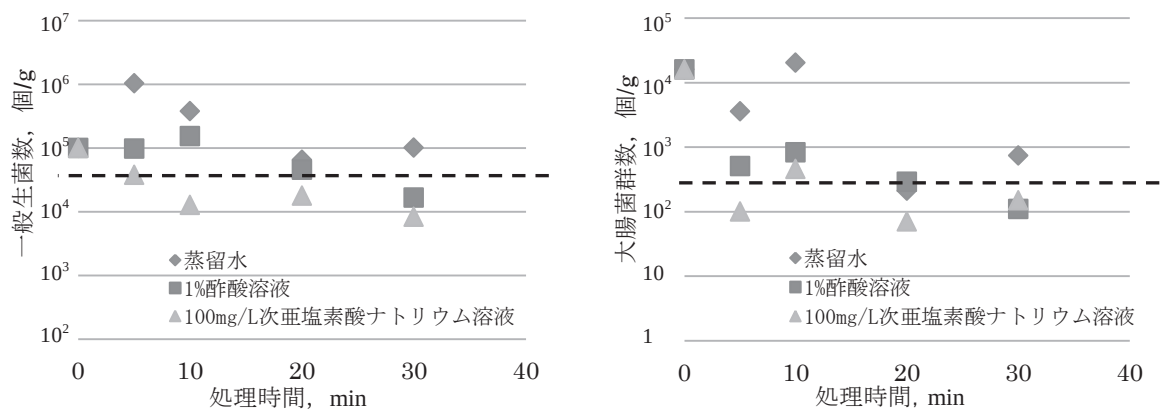


図4 キュウリのプラズマガス-バブル処理による一般生菌数，大腸菌群数の変化

(点線は 100mg/L 次亜塩素酸ナトリウム溶液に 20min 浸漬した場合の菌数)

2.4 日持ち試験

殺菌処理を行ったキュウリに調味液（塩分濃度 4%）を加えて浅漬けを作製し、10℃以下で保存した。作製した浅漬けは、調味液に濁りが生じるまで保存し、濁りが生じた時点の一般生菌数と大腸菌群を測定した。

3 実験結果および考察

3.1 プラズマガス-バブル処理によるモヤシの殺菌

図 3 にモヤシをプラズマガス-バブル処理した際の一般生菌数と大腸菌群数を示す。処理液が蒸留水および 10%エタノール溶液の場合、試験後の一般生菌数、大腸菌群数はわずかに減少したが、プラズマガス-バブル処理の有無による殺菌効果の向上は確認できなかった。1%クエン酸溶液、または 1%酢酸溶液を処理液とした場合、一般生菌数、大腸菌群数が処理前の 1/10～1/100 に減少し、プラズマガス-バブル処理を行ったモヤシは対照より菌数が減少する傾向が見られた。1%クエン酸溶液、1%酢酸溶液はいずれも pH が 3 以下であったことから、プラズマガス-バブル処理は、処理液の pH が低いほど殺菌効果が向上する可能性が示唆された。

3.2 プラズマガス-バブル処理によるキュウリの殺菌とその保存性

図 4 にキュウリにプラズマガス-バブル処理と従来の殺菌処理（100mg/L 次亜塩素酸ナトリウム溶液に 20min 浸漬）を行った場合の一般生菌数および大腸菌群数を示す。

処理液に 1%酢酸を使用した場合、20min のプラズマ-ガスバブル処理で一般生菌数および大腸菌群数が、従来の殺菌処理と同等以下に減少した。100mg/L 次亜塩素酸ナトリウム溶液を使用した場合、5min のプラズマガス-バブル処理で一般生菌数および大腸菌群数が、従来の殺菌処理した場合と同等以下となった。

また、試作したキュウリ浅漬けの作製直後と保存後の外観を図 5 に示す。キュウリの処理条件の異なる浅漬け試作品の日持ち試験を実施した結果、1%酢酸および 100mg/L 次亜塩素酸ナトリウム溶液を使用してプラズマガス-バブル処理をした浅漬けは、未処理や蒸留水を用いて処理を行った浅漬けより 2 日間日持ちが向上した（表 1）。これは、処理直後の菌数の差が影響したものと考えられる。

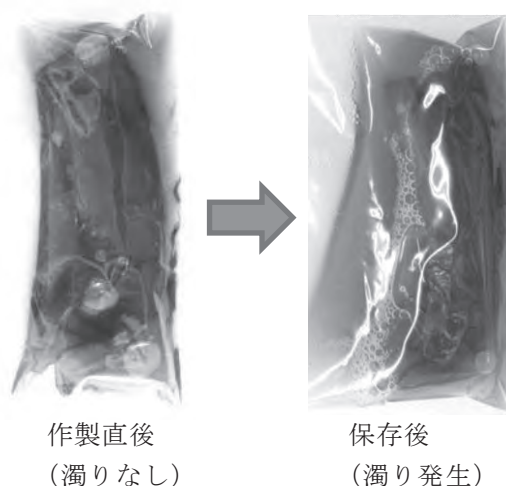


図 5 キュウリ浅漬け試作品

表 1 プラズマガス-バブル処理を行ったキュウリ浅漬けの日持ち試験

処理溶液	検査項目	処理直後 (個/g)	濁り発生時の菌数 (個/g)	濁り発生日 (日)
プラズマガス-バブル 処理なし	一般細菌	1.0×10^5	6.2×10^8	7
	大腸菌群	1.6×10^4	4.1×10^8	
プラズマガス-バブル 蒸留水	一般細菌	1.0×10^5	1.0×10^8	7
	大腸菌群	7.4×10^2	5.4×10^7	
プラズマガス-バブル 1%酢酸	一般細菌	1.7×10^4	4.0×10^7	9
	大腸菌群	1.1×10^2	2.7×10^7	
プラズマガス-バブル 100mg/L次亜塩素酸ナトリウム	一般細菌	8.4×10^3	2.8×10^7	9
	大腸菌群	1.5×10^2	1.7×10^7	

4 結 言

- 1) プラズマガス-バブル処理は、処理溶液の pH を下げることにより殺菌効果が向上する可能性がある。
- 2) 1%酢酸および 100mg/L 次亜塩素酸ナトリウム溶液を使用したプラズマガス-バブル処理は、従来の殺菌処理と同等以上の殺菌効果が得られた。
- 3) 1%酢酸および 100mg/L 次亜塩素酸ナトリウム溶液を使用してプラズマガス-バブル処理

を行ったキュウリの浅漬けは、未処理品や蒸留水を使用したプラズマガス-バブル処理品より日持ちが向上した。

文 献

- 1) 厚生労働省；次亜塩素酸ナトリウムの使用基準の改正に関する部会報告書
- 2) 吉木宏之他；第 62 回応用物理学会春季学術講演会 講演予稿集，12p-P11-2 (2015)

果樹剪定枝を活用した燻製用チップ及び燻製商品の開発

対馬里美 城祥子

Development of Smoked Foods and Wood Chips made of Fruit Tree Pruning Branches

Satomi TSUSHIMA Sachiko SHIRO

1 諸 言

本県は、ハムやサラミをはじめとする燻製製品を製造している食品製造企業が多数あるが、これらの企業で使用されている燻製用チップは県外産である。一方、本県は果樹の生産が盛んであり、毎年約4万トンもの果樹剪定枝が発生し、その大半が廃棄処分されている。

本研究では、果樹剪定枝から燻製用チップを作成し、山形県の果樹のイメージを加えた付加価値の高い燻製製品の開発を目的として、果樹剪定枝の加工特性、揮発成分、香気特性について分析、評価を行った。

2 実験方法

2.1 果樹剪定枝の燻製用チップへの加工

果樹剪定枝は、農業総合研究センター園芸試験場で平成28年11月、平成29年3月に剪定したブドウ（デラウエア）、サクランボ（佐藤錦）、セイヨウナシ（ラ・フランス）、カキ（平核無）の4種類を使用した。樹皮を剥ぎ、室温で乾燥後、チップパーで粉碎、サイズ別に選別（6mm以上、4~6mm、4mm以下）したものを果樹剪定枝チップとした。

2.2 燻製の揮発成分分析

果樹剪定枝チップ4種と市販の燻製用チップ5種（サクラ、リンゴ、ヒッコリー、ナラ、クルミ）について、ガスクロマトグラフィー（GC-FID, Agilent Technologies 7820A）およびガスクロマトグラフィー質量分析法（GC-MS, Agilent Technologies 5875C）により、燻製に用いた際の揮発成分を分析した。カラムはDB-WAX（60m×0.25mm×0.25μm）を使用し、分析試料は、各チップ20gで蒸留水50mlを60分間燻製した燻製水を使用した。

調製した試料3mlをガラス製バイアル瓶に入

れ、40℃に保温、マグネチックスターラーで攪拌しながらヘッドスペース部にSPMEファイバー（Carboxen/PDMS, 100μm）を挿入して10分間保持した。次に、SPMEファイバーをGC注入口に10分間挿入して吸着成分を加熱脱着させ、GC-FIDにて昇温分析をした。また、試料をジエチルエーテルで抽出し、GC-MSで揮発成分の同定を行った。

2.3 燻製の香気特性評価

揮発成分分析に用いた燻製水200μlをサンプルバック（島津製作所 2KF）に入れ、窒素ガスを充填し、2時間ほど静置後、におい識別装置（島津製作所 FF-2A）で測定した。

におい識別装置は、9つの基準臭（硫化水素、硫黄系、アンモニア、アミン系、有機酸系、アルデヒド系、エステル系、芳香族系、炭化水素系）に対する、香りの類似性を類似度、香りの強さを臭気寄与度として表示することから、これらを実験指標として用いた。

3 実験結果および考察

3.1 果樹剪定枝の燻製用チップへの加工

入手した4種の果樹剪定枝について、チップパーによる加工を試みた。その結果、樹種により性質は異なるが（表1）、4種すべて燻製用チップへの加工が可能であることが分かった。

また、加工した燻製用チップ及び、燻製試料への残留農薬を調べた。代表試料として、ブドウの燻製用チップ及びそのチップで燻製した燻製水を分析試料とし、それぞれ200項目の残留農薬を外部分析機関にて委託分析した。その結果、燻製用チップから8項目の農薬が検出された（表2）。燻製用チップに残留農薬の基準はないが、フェニトロチオンとフェニトエートは、ブドウ生果実の基準値を超えていた。燻製試料

の残留農薬は、全て定量下限値以下であり、チップから燻製への移行は認められなかった。

3.2 燻製の揮発成分

GC-MS 分析により、揮発成分の簡易同定を行った。燻製の揮発成分は、アルデヒド類、エステル類、フェノール類等で構成されていることが報告されている¹⁾。図1にブドウ剪定枝チップ揮発成分の GC クロマトグラムを示す。GC のクロマトグラムのピーク面積において、フルフラール、酢酸が主要成分と推察された。そこで、樹種毎にフルフラール、酢酸の面積比（ピーク総面積に対する割合）を比較すると、市販チップでは7割、剪定枝チップでは4~6割を占めており、市販チップと剪定枝チップの間で異なることが確認できた（図2）。

表1 剪定枝の加工性

樹種	性質
サクランボ	柔らかく、繊維質、細くなりやすい
セイヨウナシ	やや柔らかく、繊維質
ブドウ	硬く、樹液が多い
カキ	硬く、割れやすい

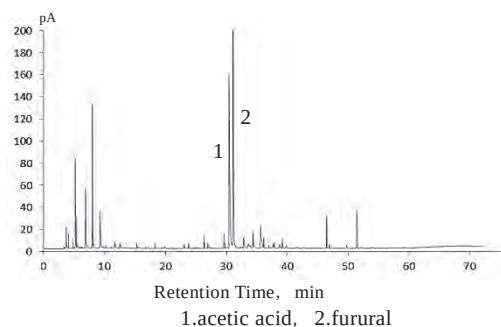


図1 ブドウ剪定枝チップの GC クロマトグラム

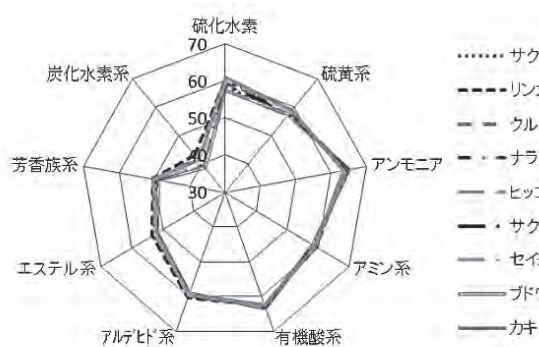


図3 燻製水の基準臭に対する臭気寄与度 (%)

3.3 燻製の香気特性

各試料の臭気寄与度、類似度を図3, 4に示す。臭気寄与度は樹種による違いが認められない。類似度は樹種毎に異なり、アルデヒド類は38.9~57.4%, エステル類は55.9~73.3%, 有機酸類は45.4~63.2%と幅が見られた。これら成分の違いが、樹種毎に香りが異なる理由と考えられる。基準臭の臭気寄与度、類似度を基に、樹種間の香りの類似度を図5, 6に示した。類似度が高かったのは、ナラとクルミで94%, サクランボとセイヨウナシで91%, 市販チップと剪定枝チップ間の類似度は48~84%であり、香気特性が異なることがわかった。このことから、果樹剪定枝は燻製製品に新規性を付与できる可能性がある。

表2 残留農薬

農薬名	剪定枝チップ	燻製水	ブドウの基準値
クレソキシメチル	1.18	N.D.*	5
クロルフェナビル	0.33	N.D.	15
デナコナゾール	1.06	N.D.	10
デルタメトリン及びピロメトリン	0.19	N.D.	0.5
フェニトロチオン	1.72	N.D.	0.2
フェニトエート	0.02	N.D.	0.02
プロプロフェジン	0.02	N.D.	1
マラチオン	0.03	N.D.	5

単位: mg/L, ※N.D.: 定量下限値(0.01mg/L)以下

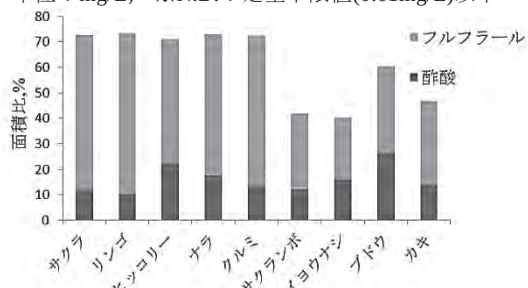


図2 燻製水の酢酸とフルフラールの面積比

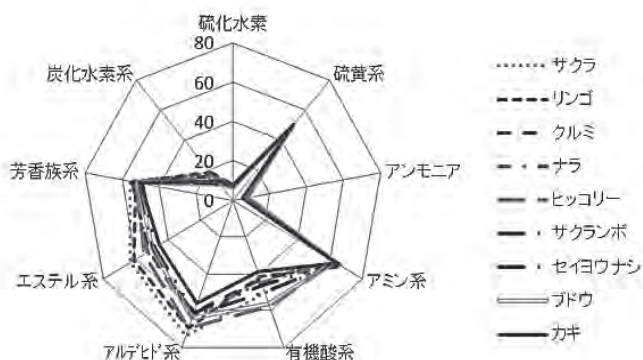


図4 燻製水の基準臭に対する類似度 (%)

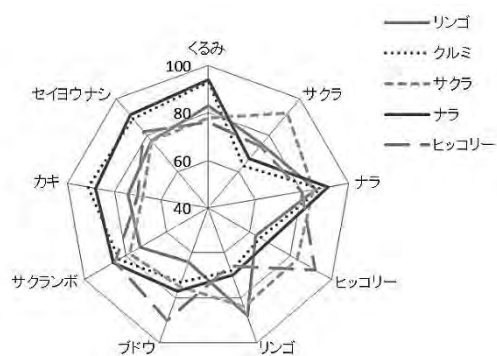


図5 燻製水(市販品)の類似度(%)

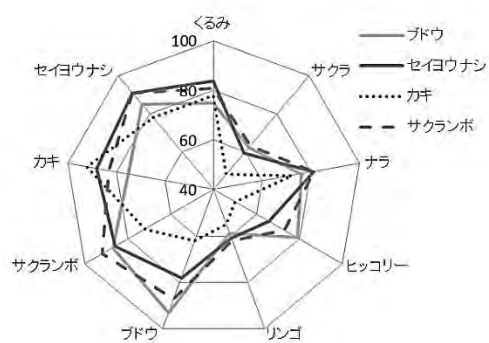


図6 燻製水(果樹剪定枝)の類似度(%)

4 結 言

本研究を行った結果,以下の知見が得られた。

- 1) ブドウ, サクランボ, セイヨウナシ, カキの果樹剪定枝は, 加工性, 安全性からも燻製チップへの加工が可能であり, 燻製製品の付加価値向上が期待できる燻製用チップとなる。
- 2) 果樹剪定枝の香気特性は市販品とは異なるため, 燻製製品に新規性を持たせることが可能である。

文 献

- 1) 笠原賀代子,西堀幸吉：Bulletin of Japanese Society of Scientific Fisheries
- 2) 佐合徹, 栗田修：におい識別装置による納豆と鶏肉の燻製の測定, 三重県工業研究所研究報告 No.37(2013)

官能評価技術に関する研修

対馬里美 河野恵信*

Training about Sensory Analysis

Satomi TSUSHIMA

Yoshinobu KONO*

1 はじめに

食品の味、香り、食感などの評価には、機器分析や官能評価が用いられている。機器分析は、香りや物性などを化学・物理的に測定する手法であり、個々の評価項目毎に客観的な評価ができるが総合的な評価は難しく、使用する機器も高価なものが多い。一方、官能評価は、外観、食感、味、香りを人の五感を使って評価する手法であり、総合的な評価を簡便にできる長所があるが、評価結果は評価者（パネラー）の能力や評価方法に大きな影響を受けるため、目的に応じたパネラーの選抜と適切な評価手法の選定が必要である。

本研修では、官能評価の手法を学ぶとともに、評価方法の違いが結果に及ぼす影響について検討を行った。

2 実験方法

2.1 評価対象

燻製製品を官能評価の対象とした。サンプルは、安定した品質で試食提供のばらつきが少ないことから、市販の燻製チーズ2種類（燻製チップ：りんご、さくら）を用い、燻製されていないナチュラルチーズ1点をブランクとした。

2.2 グループインタビュー

嗜好調査の項目を設定するにあたり、燻製製品の利用状況や意識などを定性的に把握するた



図1 サンプル



図2 調査会場

め、グループインタビューを行った。12人を2グループに分け「燻製製品の喫食状況」、「燻製の香り」について自由に意見交換を行い、情報収集を行った。

2.3 評価対象

嗜好調査は、燻製チップがりんごの燻製チーズをA、燻製チップがさくらの燻製チーズをB、ナチュラルチーズをCとしてカップに入れ提供し（図1、2）、パネラー31人に、「においの強弱」、「好み」の2項目について、「一対比較法」、「尺度法」により行った。一対比較法は、複数の試料から2つずつ取り上げ、比較しながら評価する手法で、A:B、B:C、A:Cの組み合わせで比較した。尺度法は、言語による尺度を用いて評価する手法で、A、B、Cそれぞれについて9段階で評価した。得られたデータは、有意水準5%でF検定にて統計処理を行った。

3 実験結果および考察

3.1 グループインタビュー

表1にグループインタビューで得られた意見をまとめた。12人中燻製が好きと答えた人は7人、燻製が嫌いと答えた人は5人であった。燻製が好きと答えた人は、おつまみとして喫食しており、香りが強いものを好んだが、強すぎるのは苦手との意見もあった。燻製が嫌いと答えた人は、燻製特有の香りが苦手との意見が多数あった。燻製チーズ2種類を試食した際、燻製が嫌いと答えた人もりんごのチップで燻製したチーズは食べやすいとの意見であった。

試食時に意見が変化した方もおり、嗜好調査では、香りの種類や燻製の嗜好での評価の違いを調査することとした。

表 1 グループインタビューの意見抜粋

	好き	嫌い（意識していない）
人数	男性 4 名 (49～65 歳) 女性 3 名 (30 代後半～60 代)	男性 2 名 (50 代) 女性 3 名 (30 代後半～40 代後半)
香り	- 強いのが好き - おつまみ品だと弱いより強い方がいい - においが強いと付け香かと思う	- いぶりくさい - 煙くさいイメージ - 強いと煙草のにおいを感じる
試食後	- 燻製材が異なると聞いているせいか、においが違う - 普通のチーズよりしっかりしている	- 開封しただけで香りがすごい - 桜は強すぎる - りんごは美味しい

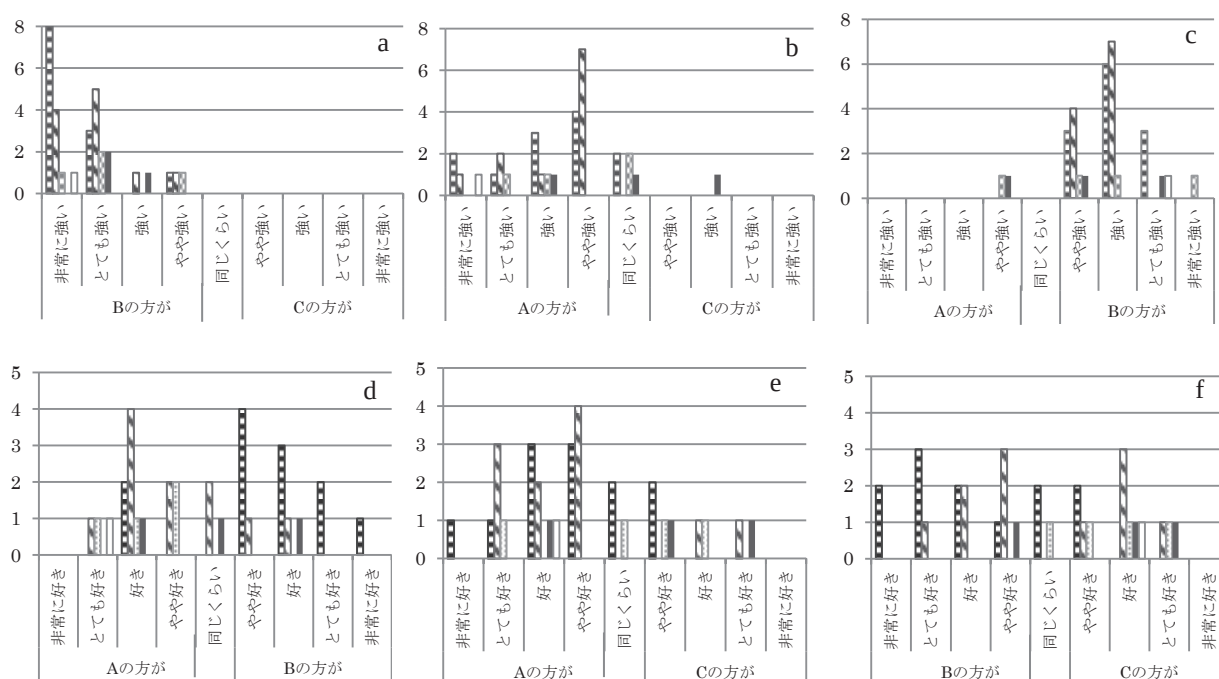


図 3 一対比較法

a:A:B(においの強弱), b:A:C(においの強弱), c:B:C(においの強弱),
d:A:B(好み), e:A:C(好み), f:B:C(好み)

縦軸の単位:人数(名)

□好き ■どちらかといえば好き ▨どちらともいえない ■どちらかといえば嫌い □嫌い

3.2 嗜好調査

図 3 に一対比較法, 図 4 に尺度法の結果を示す。一対比較法, 尺度法ともに「においの強弱」では B, 「好み」では A が選ばれた。パネラー 31 人を燻製の嗜好(燻製が好きか嫌いか)ごとに分け, サンプル間, 嗜好間で比較を行った。一対比較法, 尺度法ともに「においの強弱」の項目でサンプル間の有意差はあったが, 嗜好間の有意差はなく, 燻製の嗜好に関係なく判定できた。「好み」の項目ではサンプル間の有意差はなく, 一対比較法では A:B, B:C におい

て嗜好間の有意差があり, 尺度法では B, C で嗜好間の有意差があった。一対比較法では, B のにおいが強いため, A, C との評価時の比較において嗜好が反映されたのではないかと考えられる。尺度法では, 香りが強いと判定された B, および非燻製の C において嗜好が反映されたが, A は嗜好に関係なく高い評価を受けた。

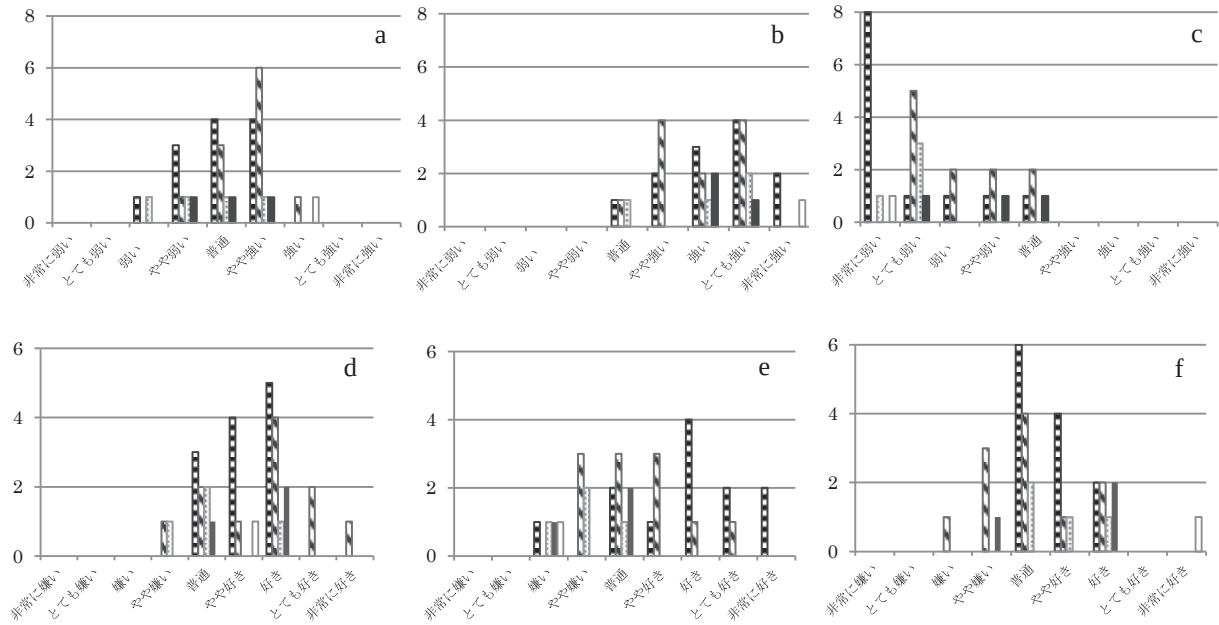


図4 尺度法

a:A(においの強弱), b:B(においの強弱), c:C(においの強弱), d:A(好み), e:B(好み), f:C(好み)

縦軸の単位:人数(名)

■好き □どちらかといえば好き ▨どちらともいえない ■どちらかといえば嫌い □嫌い

4 まとめ

本研修において、以下の知見が得られた。

- 1) 燻製製品は独特の風味により好き嫌いがわかるが、りんごのチップで燻製したチーズのように、燻製が嫌いな人でも受け入れられる可能性がある。
- 2) サンプル間の比較において一対比較法、尺度法ともに変わらない結果となった。

謝 辞

研修を受け入れていただきました農業・食品産業技術総合研究機構 食農ビジネス研究チームの皆様および嗜好調査にご協力いただいた皆様に深謝いたします。

県産醸造用ぶどうの成熟過程と発酵試験について

村岡義之 石垣浩佳 工藤晋平 長谷川悠太
奥山聡* 増田華歩* 黒田博*

Maturation Process and Fermentation Tests used Vitis vinifera Harvesting Grapes in YAMAGATA

Yoshiyuki MURAOKA Hiroyoshi ISHIGAKI Shinpei KUDO Yuta HASEGAWA
Sou OKUYAMA* Kaho MASUDA* Hiroshi KURODA*

1 緒 言

山形県は、ワイン醸造用品種も含め、長野、山梨に次ぐ日本有数のぶどう産地を形成しており、収穫されたぶどうは醸造用にも多く使用されている。現在のワイン業界では、国内で栽培されたぶどうを 100%用いた「日本ワイン」が注目されており、自社畑や新たなワイナリー設立による、海外の仕立て方法を取り入れた醸造用ぶどう栽培が盛んである。ワインの製造では、原料となるぶどうの品質が酒質に大きな影響を与えるが、従来の県産ぶどうに関する研究は生食用が中心であった。県内で栽培されたぶどうが、どのような過程で成熟していくかは、これまで本県では科学的な根拠となる研究は行われておらず、収穫の時期は栽培・醸造責任者の経験に委ねられている。そのため、県内ワイナリーにおいて、いかに最良のぶどうを収穫するかは、各社喫緊の課題である。

そこで本研究では、県内で栽培された醸造用ぶどうの成熟過程を解析することを主目的に、果汁の成分分析とワインの発酵試験を行ったので報告する。

2 実験方法

2.1 醸造用ぶどうの栽培試験

供試樹は、平成 19, 20, 24 年に苗木の定植を行った欧州系ぶどう品種であるシャルドネ、セミヨンである。試験区の仕立て方法は、垣根仕立て長梢剪定栽培（ギョダブル整枝）、棚一文字仕立て短梢剪定栽培、棚ダブルカーテン仕立て短梢剪定栽培である。各比較試験では、定植年度が同じ供試樹を用いた。

2.1.1 収量制限による果房品質への影響

（平成 27 年）

供試樹には寒河江市に定植した台木テレキ 5BB、栽植距離 2.0m×2.5m、垣根シャルドネ試験区（10 年生）を用いた。地上高 2.5m を超えた枝は随時摘心を行い、副梢は基部葉を一、二枚残して除去した。7 月 22 日に一新梢当たりの着房数が等しくなるように調整し、収量制限区では一新梢当たり一房になるように摘房を行った。果房品質は 9 月 10 日に調査した。

2.1.2 収穫時期と仕立て方法による影響

（平成 27 年）

供試樹には新庄市に定植した台木 101-14、栽植距離 3.0m×5.0m、棚一文字仕立てシャルドネ試験区（9 年生）及び棚ダブルカーテンシャルドネ試験区（9 年生）を用いた。10 月 1 日と 10 月 15 日早朝に各試験区で収穫を行ったぶどうについて、果実品質・原料特性について解析を行い、発酵試験を行った。

2.1.3 除葉による発酵試験への影響

（平成 29 年）

供試樹には寒河江市に定植した台木テレキ 5BB、栽植距離 2.0m×2.5m、垣根シャルドネ試験区（12 年生）を用いた。試験区では、落花後の結実がはっきりした 7 月 8 日に、果房付近の東側の葉を新梢一枝につき二、三枚除去し、ベレーゾーン期の 7 月 19 日に西側の葉を同様に除去した処理区と除葉を行わない無処理区の比較を行った。収量と平均果房重については 10 月 3 日の収穫時に調査を行い、果実品質・原料特性の解析及び発酵試験を行った。

2.2 搾汁果汁の成分分析（平成 27 年～29 年）

8 月下旬から 10 月下旬まで、週に一度（合計 6～10 回）健全で中庸な生育をしている 2 房を

【平成 27～29 年度 やまがたフードセンシングプロジェクト活用事業】

* 山形県農業総合研究センター園芸試験場

採取し、搾汁率 60%を目安に果汁を得た。搾汁時には、総亜硫酸が 40ppm 程度になるようにピロ亜硫酸カリウムを添加した。搾汁果汁の一般成分分析については、国税庁所定分析法ならびに国際ブドウ・ワイン機構の分析法に従い、酸化性窒素 (YAN) 含有量はホルモール態窒素測定法により窒素換算にて算出した。有機酸、還元糖の各成分については、高速液体クロマトグラフシステム (島津製作所製) を用いて定量した。有機酸分析には電気伝導度検出器、糖成分分析には示差屈折率検出器を用いた。吸光度及び濁度は紫外可視分光光度計 (島津製作所製) を用いて測定を行った。

2.3 ワインの小仕込み試験

発酵試験を行ったワインの一般成分分析については、搾汁果汁と同様の手法に従って行った。ぶどうの搾汁は手動及び電動圧搾機を用いて行い、ペクチナーゼ等の酵素を添加せずに一昼夜冷蔵庫にて滓下げを行った。果汁の発酵には乾燥酵母 LALVIN ICV-OPALE (Lallemand Inc.) を使用し、発酵終了後に滓引きを行い製成酒とした。

3 実験結果

3.1 成熟によるぶどう果実成分の変化

図 1 に成熟過程における比重換算糖度 (TSS, 転化糖分) と滴定酸度 (TA) ならびに全糖総酸比 (TSS/TA) の推移を示す。全糖総酸比は、滴定酸度から硫酸換算酸度を求め、比重換算糖度と硫酸換算酸度の比としてプロットした。その結果、成熟するに従って TSS が増加し、TA は減少していくことから、TSS/TA を追跡することで収穫時期の指標にすることが可能であることがわかった。また、摘房を行った試験区では早期に全糖総酸比が増加していく傾向にあり、収量制限することで成熟が早まることが示唆された。

図 2 に成熟過程における酒石酸含有量及び果汁 pH、図 3 にグルコース含有量に対するフルクトース含有量比の推移を示す。成熟に伴い果汁中の酒石酸が減少し、フルクトース含有量比が増加する結果が得られた。また、収量制限を行うことで酒石酸の含有量は増加し、pH が低くなる傾向であった。醸造用栽培では、収量を増加させることはぶどうの結実にストレスを与え

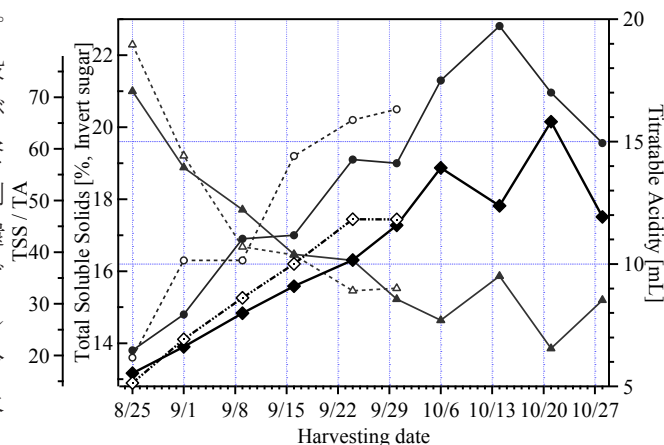


図 1 成熟による搾汁果汁成分の推移
(破線：収量制限区, 実線：対照区)

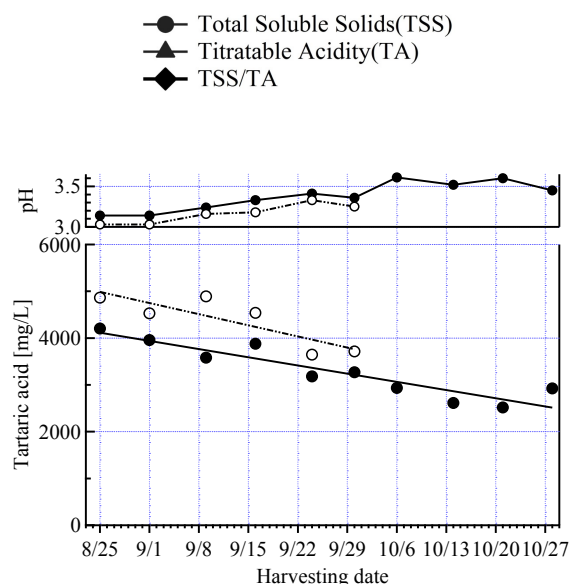


図 2 成熟による酒石酸含有量の推移
(○破線：収量制限区, ●実線：対照区)

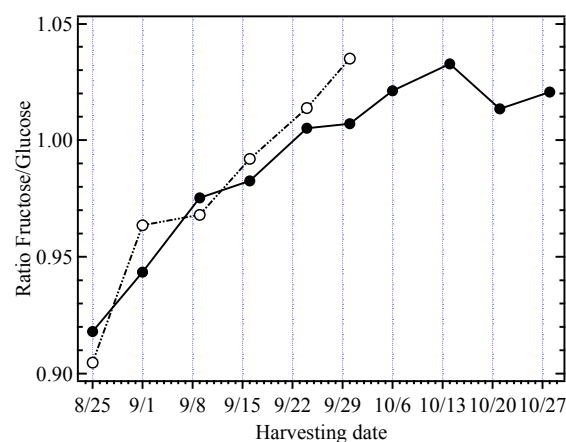


図 3 成熟による糖組成比の推移
(○破線：収量制限区, ●実線：対照区)

表 1 収量制限による果房品質

試験区	収量 [kg/10a]	房重 [g]	一粒重 [g]	着粒数	摘房前 着房数 [1/樹]	新梢数 [1/樹]
対照区	884	177	1.9	118	25.0	15.3
摘房区	563	188	2.4	90	29.7	15.0

るとされていることから、果汁中の化学的な成分が変化しているものと思われた。棚仕立てと垣根仕立てとの比較や、樹齢別の試験では、成熟傾向が異なる結果も得られていることから、栽培手法が成熟に与える影響は高いと考えられる。

表 1 に摘房による主な果房品質を示す。樹体生育は、摘房処理により、結果枝長が長く、新梢の伸長や登熟が進む傾向であった。

3.2 収穫時期の違いによるワイン発酵試験

ぶどうの搾汁には手動圧搾機を用い、同じ条件で原料処理を行った。表 2(a)に棚一文字シャルドネ試験区を用いた搾汁果汁と製成ワインの一般成分分析結果を、表 2(b)に棚カーテンシャルドネ試験区の結果を示す。成熟するに従い TSS/TA が増加していることがわかる。その一方、醸造に影響を及ぼす果汁濁度や搾汁率は仕立て方法により異なっていた。また、欧州系品種では収穫時期が遅い程搾汁率は高くなり、滓の量も増加していたが、北米系品種であるデラウェアについては、収穫時期が遅いほど搾汁率は低くなる傾向にあった(データは省略)。そのため、

ぶどう品種によって、成熟による果皮や果肉成分に違いがあると思われた。さらに、総フェノール量に由来する 280, 320nm の紫外領域の吸光度は成熟するに従い増加し、420, 520, 620nm の可視領域の吸光度は減少する傾向が見受けられた。吸光度は搾汁時の遊離亜硫酸濃度によって影響を受けるが、成熟により可視領域の吸光度は上昇する傾向にあり、吸光度測定によるぶどうの成熟判定が可能と考えられた。

発酵試験では、9月30日に収穫を行った果汁については、目標アルコール度数が 12.5% となるように無水結晶ブドウ糖にて補糖を行った。製成ワインの一般成分は、概ね果汁成分に従い同じ傾向にあるが、pH ならびに YAN が高いほど発酵は早めに進む結果が得られた。

3.3 除葉によるぶどう果実の成分変化と発酵試験

ぶどうの搾汁には電動圧搾機を用い、同じ条件で原料処理を行った。表 3 に搾汁果汁と製成ワインの一般成分分析値を示す。除葉することで TSS は高く、TA はやや低くなることで TSS/TA は概ね高くなっていた。この結果、結実後の除葉により成熟を進められる可能性があることがわかった。また、除葉することにより腐敗果粒率も低く抑えられる結果が得られた。その一方、早期に除葉することで成熟が遅くなる結果も得られていることから、白ワイン用のぶどうでは、除葉時期と除葉量によっては原料特性の向上が期待出来ると思われた。

表 2 収穫時期による搾汁果汁成分とワイン一般成分 (シャルドネ試験区)

(a) 棚一文字試験区								
収穫日	比重換算糖度 [転化糖分:%]		pH	YAN [mgN/L]	滴定酸度 [mL]		TSS/TA	
9/30	18.7		3.40	130	9.0		42.2	
10/15	21.1		3.47	155	8.75		49.0	
	総亜硫酸 [ppm]	濁度 [NTU]	搾汁率 [%]	滓の割合 [%]	OD ₂₈₀	OD ₃₂₀	OD ₄₂₀₊₅₂₀₊₆₂₀	
9/30	22	540	73	14	9.7	7.3	1.25	
10/15	10	565	79	19	11.0	9.1	0.80	
	総亜硫酸 [ppm]	発酵日数 [日]	アルコール分 [vol%]	pH	ホルモール窒素 [mgN/L]	滴定酸度 [mL]	ワインカラー [OD ₄₂₀₊₅₂₀₊₆₂₀]	
9/30	36	23	12.7	3.45	12	10.4	0.137	
10/15	44	19	12.9	3.56	27	10.2	0.198	

(b) 棚ダブルカーテン試験区

収穫日	比重換算糖度 [転化糖分:%]		pH	YAN [mgN/L]	滴定酸度 [mL]	TSS/TA	
9/30	19.6		3.39	140	9.3	42.8	
10/15	20.9		3.51	145	8.8	48.4	
	総亜硫酸 [ppm]	濁度 [NTU]	搾汁率 [%]	滓の割合 [%]	OD ₂₈₀	OD ₃₂₀	OD ₄₂₀₊₅₂₀₊₆₂₀
9/30	33	570	74	14	10.1	9.1	0.87
10/15	36	445	80	16	11.3	10.4	0.23
	総亜硫酸 [ppm]	発酵日数 [日]	アルコール分 [vol%]	pH	ホルモール窒素 [mgN/L]	滴定酸度 [mL]	ワインカラー [OD ₄₂₀₊₅₂₀₊₆₂₀]
9/30	42	23	12.6	3.48	15	11.1	0.146
10/15	59	19	12.7	3.66	25	9.5	0.154

表 3 除葉による搾汁果汁成分とワイン一般成分（シャルドネ試験区）

試験区	収量 [kg/10a]	平均果 房重[g]	比重換算糖度 [転化糖分:%]	pH	YAN [mgN/L]	滴定酸度 [mL]	TSS/TA		
対照区	814	156	20.5	3.51	290	8.95	46.8		
除葉区	674	108	21.0	3.55	300	8.85	48.4		

	総亜硫酸 [ppm]	濁度 [NTU]	搾汁率 [%]	滓の割合 [%]	OD ₂₈₀	OD ₃₂₀	OD ₄₂₀	OD ₅₂₀	OD ₆₂₀
対照区	40	280	67	26	7.20	5.82	0.154	0.044	0.015
除葉区	54	315	69	25	7.25	5.96	0.163	0.046	0.015

	総亜硫酸 [ppm]	アルコール分 [vol%]	pH	ホルモール窒素 [mgN/L]	滴定酸度 [mL]	ワインカラー [OD ₄₂₀₊₅₂₀₊₆₂₀]
対照区	22	12.1	3.60	100	10.3	0.058
除葉区	44	12.5	3.59	90	11.2	0.039

また、除葉することで果皮色は黄化する傾向があり、その影響は果汁にも現れ、果汁の可視領域の吸光度がやや上昇する結果が得られた。果汁に含まれるカロテノイドは、ワインのノルイソプレノイド系香気成分に影響される¹⁾と考えられており、成熟により減少し、日照などの栽培環境に依存することから、今後さらなる解析が必要である。

4 結 言

醸造用ぶどうについて研究を行った結果、以下の知見が得られた。

- 1) 収穫場所や年度毎の気象条件により、ぶどうの収穫適期は異なるが、成熟に従い糖度は上昇、酸度は低下し、全糖総酸比が成熟の指標となる。

- 2) 垣根栽培では、結実後に摘房を実施する収量制限や、果房周辺の除葉を行うことで、成熟を早めることが可能であり、それぞれの搾汁果汁成分が変化する。
- 3) 成熟に従い酒石酸含有量は減少し、還元糖におけるフルクトースの割合が増加する。

謝 辞

本研究の一部は、山形県農林大学校卒業研究にて行われたものである。ここに記し収穫と搾汁を手伝って頂いた細谷舞都氏、鈴木孝明氏に謝意を表する。

文 献

- 1) 後藤奈美：日本醸造協会誌，110(3)(2015)

官能センシング技術を活用した県産酒の特徴成分解析

石垣浩佳 長谷川悠太 長俊広 村岡義之 工藤晋平 菅原哲也
杉本昌弘* 和田茂樹** 新藤雅信** 渡曾俊仁** 須貝智**

Feature Ingredient Analysis of Sake made in Yamagata Prefecture Utilizing Physical Function Sensing Technology

Hiroyoshi ISHIGAKI Yuta HASEGAWA Toshihiro CHO Yoshiyuki MURAOKA
Shinpei KUDO Tetsuya SUGAWARA Masahiro SUGIMOTO* Shigeki WADA**
Masanobu SHINDO** Toshihito WATARAI** Satoshi SUGAI**

1 緒 言

平成 28 年 12 月、山形県酒造組合は都道府県単位では全国初となる地理的表示 GI「山形」の指定を受けた。山形の酒は「やわらかくて透明感がある」ことを特徴としている。本県の優れた酒米、山々からの清冽な水、酒造りに熱心な地元の蔵人達、酒造りに関わる様々な要素が積み重なり、山形の酒らしさを作り出している。県産酒の品質は年々向上しており、様々なコンテストで好成績を収めている。同時に市場での評価も高まってきたことから、県産酒の美味しさを客観的に分析・評価することが求められていた。

県内酒造メーカーの仕込水及び統一規格で製造される県産酒を中心に、山形酒の特徴について成分分析と官能評価により解析したので報告する。

2 実験方法

2.1 分析サンプル

仕込水は、県内各地区の蔵元からサンプリングを行った。統一規格の酒として、毎年 3 月に開催される山形県新酒鑑評会への出品酒（県内酒と県外酒）を用意した。さらに、県産酒造好適米を用いた市販酒について、メーカー毎の違いを確認する目的で、「出羽燦々」による純米吟醸酒 DEWA33、「出羽の里」による山形セレクション純米酒及び「雪女神」による純米大吟醸酒をサンプルとして使用した。

2.2 各種成分分析

仕込水や日本酒に含まれるイオン成分（陽イオン・陰イオン）は、イオンクロマトグラフシステム（島津製作所製）により分析した。また、評価の一

手法として味覚センサーによる分析を実施した。分析には、味認識装置 SA402B（インテリジェントセンサーテクノロジー社製）を用いた。遊離アミノ酸分析には、高速液体クロマトグラフ質量分析計 LCMS-2020（島津製作所製）を使用し、試料の調製（アミノ酸誘導体化）には、アミノ酸分析キット EZ:faast™（Phenomenex Inc.）を用いた。さらに、慶應義塾大学先端生命科学研究所と山形県酒造組合との共同研究（平成 27、28 年度共同研究シーズ事業化支援助成事業）で実施したメタボローム解析（LC-MS 及び CE-MS）の分析データを活用した。

3 実験結果および考察

3.1 仕込水の分析

県内各蔵元から収集した仕込水のイオン成分について、県内 35 社分の仕込水を 2 ヶ年にわたり分析した結果、蔵元間で各種イオン組成が大きく異なることが判り、これは、水源となる各山系の影響が大きいものと推察された。

各地区仕込水のイオン成分の比較を図 1 に示す。

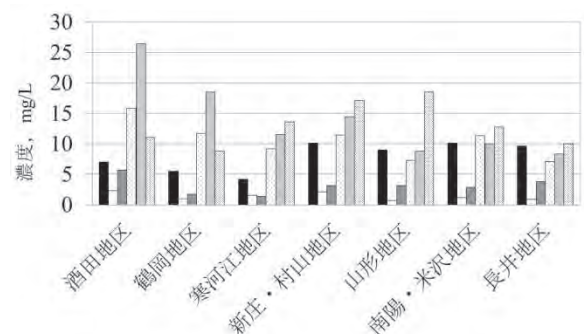


図 1 各地区仕込水のイオン成分比較

■ : Ca²⁺, □ : K⁺, ■ : Mg²⁺, □ : Na⁺, ■ : Cl⁻, ■ : SO₄²⁻

【平成 27-29 年度 やまがたフードセンシングプロジェクト活用事業 研究課題】

*慶應義塾大学先端生命科学研究所 **山形県酒造組合

イオン成分の総量が比較的多いのは、庄内沿岸部の酒田地区であり、逆に少ないのは内陸部の長井地区であることが判る。沿岸部の影響か、酒田地区は他よりナトリウムイオン (Na^+) と塩素イオン (Cl^-) が多いことが判った。

次に、仕込水のイオン成分と味認識装置による味覚相当量との相関係数を調べた(表1)。その結果、カルシウムイオン (Ca^{2+}) が塩味、苦味及び渋味と高い正の相関があることが確認された。しかしながら、各社の仕込水を使用する純米吟醸酒 DEWA33 のイオン成分と味覚相当量との相関をみると、ナトリウムイオンや塩素イオン等との相関は高いものの、カルシウムイオンとの相関はみられなかった。今後、異なる原料米毎にサンプルを変えて検証する必要があると思われた。

3.2 山形県新酒鑑評会出品酒の分析

本県で開催される山形県新酒鑑評会には、全国新酒鑑評会向けに製造された県内外の出品酒が集まる。そのほとんどが、酒造好適米「山田錦」を原料とした精米歩合 35% の大吟醸酒であるため、県産酒の特徴を把握する適当なサンプルと考えた。平成 26 酒造年度 (H26BY) に製造された県産酒 41 点、県外酒 140 点及び平成 27 酒造年度 (H27BY) に製造された県産酒 38 点、県外酒 140 点について、吟醸酒の特徴である香気成分や糖、有機酸、遊離アミノ酸等を分析したところ、県産酒は糖及びアミノ酸において、県外酒と大きく異なる特徴があることが判った。

主な糖成分の比較を図2に示す。

県産酒は、グルコールやリボースといった主要な糖が、県外酒に比べ5割から6割程度であることが判る。グルコース含有量の全国平均に対する県産酒の平均は、H26BYは69.9%だったが、H27BYは62.3%まで減少している。またリボースは、H26BYが54.0%だったのに対し、H27BYは46.8%まで減少していた。さらに、官能評価において、県産酒のうち上位酒の評価をみると、「渋味」の指摘が7割近くあるのに対し、「甘味」の指摘は3割以下であった。以上の結果から、山形県の吟醸酒は、県外酒に比べ糖由来の甘味成分が少ない特徴を持つと考えられた。近年の全国新酒鑑評会では、審査時にマイナス評価となる僅かな苦味や渋味を甘味でマスキングするため、全国的に甘味重視の傾向が強い。出品酒＝商品という姿勢を守っている山形県は、甘味だけを重視せず、バ

表1 各種イオンと味覚相当量との相関

	旨味	塩味	苦味	渋味	旨味コク
SO_4^{2-}	-0.64 **	0.61 **	0.69 **	0.66 **	0.40 **
Cl^-	-0.05 -	0.24 *	0.15 -	0.08 -	0.12 -
Na^+	0.46 **	0.21 *	-0.11 -	-0.12 -	-0.18 -
Mg^{2+}	-0.04 -	0.68 **	0.64 **	0.66 **	0.90 **
K^+	-0.21 *	0.36 *	0.42 **	0.44 **	0.18 -
Ca^{2+}	-0.40 *	0.71 ***	0.81 ***	0.78 ***	0.69 **

1.0 $\geq$ |R| $\geq$ 0.7 : *** 高い相関あり

0.7 $\geq$ |R| $\geq$ 0.4 : ** 相関あり

0.4 $\geq$ |R| $\geq$ 0.2 : * 低い相関あり

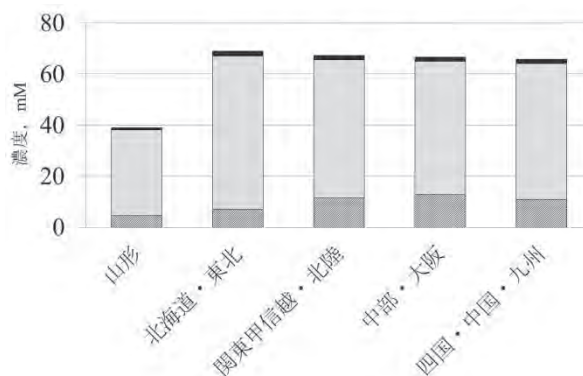


図2 鑑評会出品酒の主な糖成分の比較

■：リボース，□：グルコース，
■：エチル- α -D-グルコシド

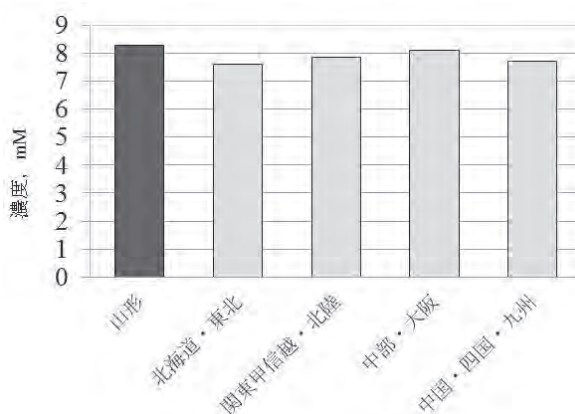


図3 鑑評会出品酒の総アミノ酸量の比較

ランス重視の吟醸酒造りを継続している状況が伺えた。

次に、総アミノ酸量の比較を図3に、主なアミノ酸の比較を図4に示す。

山形県は、酒造好適米を多用し、米の旨味を引き出すことを基本としており、酵素力価の強い麴を造るため総アミノ酸量が多くなりやすい。図3よりみ

て、県産酒は県外酒と同等かやや総アミノ酸量が多いことが判る。しかし、図4をみると、日本酒の甘味に関与するアラニン等のアミノ酸が多いのに対し、苦味に関与するアルギニンだけは県外酒より低くなっていることが判った。他のアミノ酸の全国比が100%以上だったのに対し、アルギニン含有量だけは、H26BYが68.6%、H27BYは60.5%という結果であった。岩野らの報告¹⁾では、日本酒の呈味に関与する4種類のアミノ酸のうち、アラニンは甘味や旨味を示すアミノ酸として評価され、アルギニンは苦味を示すアミノ酸として好ましくない評価を受けている。これらのことより、アルギニンの少なさが県産酒の高い評価につながっているものと推察され

た。

県産吟醸酒の糖とアルギニンが少ない理由の一つとして、製麹に使用する種麹の種類が考えられた。前述したように、全国では甘味重視の傾向から高グルコアミラーゼ生産株の使用率が高い。それに対し、本県蔵元の場合は5割程度の使用率である。高グルコアミラーゼ生産株がアルギニンを高生産するという知見は得られていないが、鑑評会出品酒の糖成分が多い北海道・東北地方ではアルギニン含有量が同様に多くなっており、高グルコアミラーゼ生産株がアルギニンの増加に関与している可能性が考えられた。

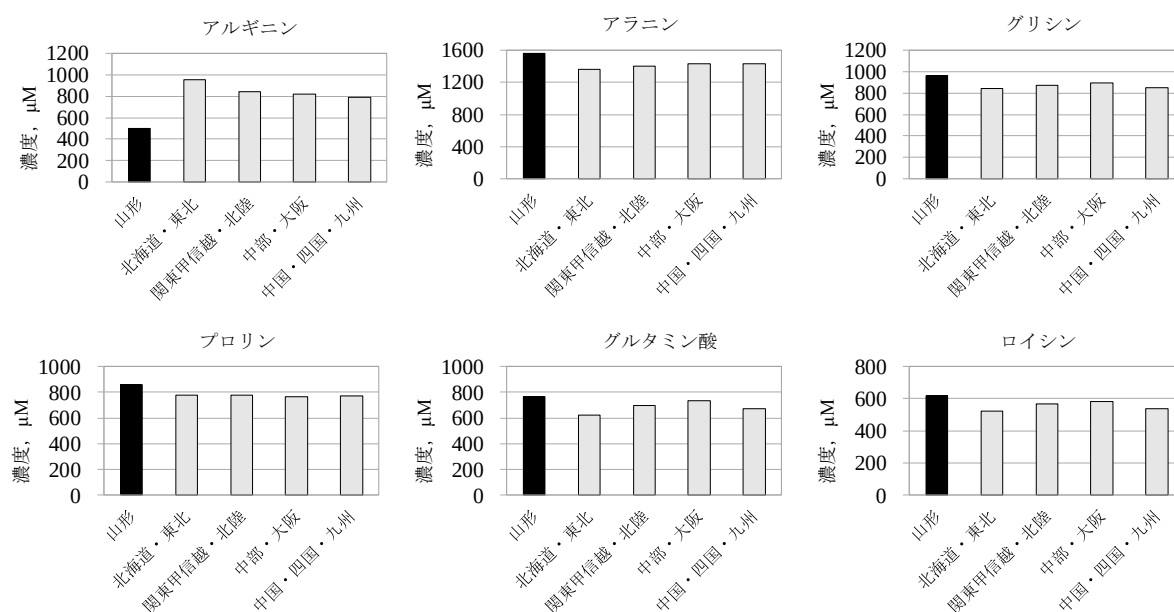


図4 鑑評会出品酒の主なアミノ酸含有量の比較

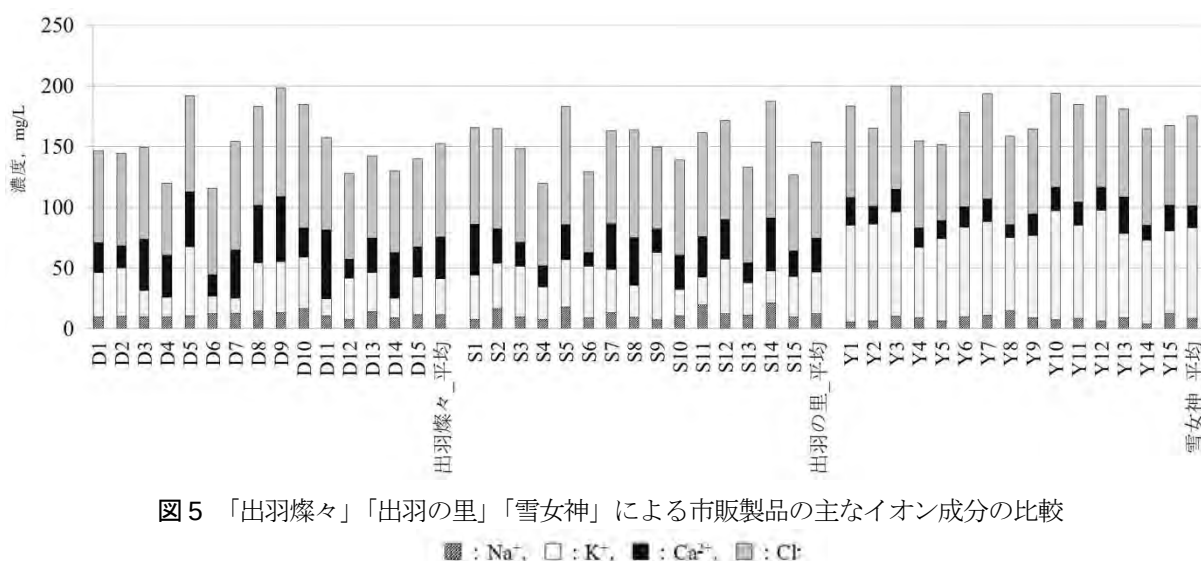


図5 「出羽燦々」「出羽の里」「雪女神」による市販製品の主なイオン成分の比較

■ : Na⁺, □ : K⁺, ■ : Ca²⁺, ■ : Cl⁻

3.3 県産純米酒の分析

近年の山形県は、「出羽燦々」「出羽の里」「雪女神」と、次々に新たな酒造好適米を開発している。それに合わせ、県酒造組合では一定規格による県産酒ブランドを開発し市場展開を図っている。各酒米による市販製品について、メーカー毎の違いを確認する目的で成分分析を実施した。

製品サンプルは、「出羽燦々」による純米吟醸酒 26 点、「出羽の里」による純米酒 32 点及び「雪女神」による純米大吟醸酒 24 点である。そのうち 3 品種を全て製造している 15 社分の製品について、主なイオン成分の比較を図 5 に示す。

各成分を比較すると、僅かな違いではあるが品種によりイオン組成に一定の傾向があることが判った。「雪女神」による製品は、カルシウムイオン (Ca^{2+}) が少なく、カリウムイオン (K^{+}) が多いことが判る。カリウムは、その多くは原料米に由来するとされているが、原料米分析による結果では、「雪女神」のカリウム含有量は「出羽の里」と同程度であった。そのため、さらに検証する必要があると思われた。

次に、同じ 15 社分の原料米の異なる製品について、同様にアミノ酸組成を比較したところ、各品種においてイオン成分のような一定の傾向は確認できなかった。そこで、分析に供した全製品のアミノ酸含有量の平均を 3 品種間で比較してみた(図 6)。

「出羽燦々」は、他の 2 品種と比較してアルギニンが多めであり、「雪女神」は、他と比べグリシンが多めであることが判る。今後、毎年の気象条件や栽培環境で変化する成分を考慮し、さらに分析データを蓄積することで、品種特性を加えた製品特性を示すことが可能になると思われた。

4 結 言

本研究により以下の知見が得られた。

- 1) 県内酒蔵の仕込水は、地区毎にミネラル含有量に違いがあることが判った。
- 2) 山形県新酒鑑評会出品酒をサンプルとして県産酒と県外酒を比較した結果、県産酒は主な糖成分が県外酒の 5 割から 6 割程度の含有量で、苦味成分であるアルギニンが明らかに少ない特徴があることが示された。
- 3) 県産酒造好適米である「出羽燦々」「出羽の里」「雪女神」による市販製品を比較したところ、各酒米でイオン組成や特定のアミノ酸量に違いが出ることが判った。

文 献

- 1) 岩野君夫, 高橋和弘, 伊藤俊彦, 中沢伸重: 醸協, 99 (9), 659-664 (2004)

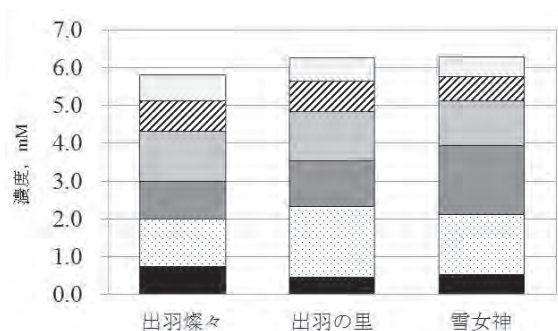


図 6 主なアミノ酸含有量の比較

■: アルギニン, □: アラニン, ■: グリシン,
 ■: プロリン, ▨: グルタミン酸, ▨: ロイシン

Thin-Wall Injection Molding of High-Density Polyethylene for IR System Lenses

R.Kaneda, T.Takahashi, M.Takiguchi*, M.Hijikata*, H.Ito**

Journal of Polymer Engineering, Vol.38, No.3, pp.307–313 (2018)

High-density polyethylene (HDPE) lenses are used for infrared radiation (IR) systems, such as radiation thermometers to transmit the IR of the 10 μm region. High IR transmittance and low visible ray (VIS) transmittance are necessary for IR system lenses. This experimental investigation of thin-wall injection molding was conducted using 0.5 mm cavity thickness with a disk shape, finished to a mirror-like surface. As factors affecting transmittance, we evaluated the thickness, surface roughness, crystallinity, internal structure, and molecular chain orientation of molded parts, which were produced using for HDPE melt flow rates (MFRs). The changed molding conditions were mold temperature and holding pressure. Results showed that the thin-molded parts had higher IR transmittance. The thin-molded part was obtained with the smallest MFR of 5. Furthermore, the VIS transmittance decreased when the molecular chain orientation in the molded parts was small and the crystallinity was high. The small orientation and high crystallinity were obtained simultaneously with the largest MFR of 42. Therefore, it was impossible to obtain high IR transmittance and low VIS transmittance simultaneously by a change of MFR. This study confirmed that surface roughness and crystallinity do not affect transmittance.

*CHINO Corporation, **Yamagata University

Polymer Materials Structure and Properties in Micro Injection Molding Parts

Paritai Muanchan**, Ryo Kaneda, Hiroshi Ito**

**Yamagata University

Micro Injection Molding, Part 3, pp.57–81 (2018)

Micro-scale molded parts in micro-scale injection molding (μIM) have been classified in three categories; molded parts with micro-structured surfaces; molded parts with less than one milligram pellet weight; and parts with micro-scale precision such as micro-thin-wall parts. In either case, a polymer melt is injected in a cavity by high injection speed and pressure. In addition, a cooling rate becomes extremely higher because of very thin cavity. Thereby, high molecular orientation occurs in the inside of the molded parts in comparison with conventional injection molded parts. This molecular orientation has to reduce because the birefringence occurs. Furthermore, the skin layer is formed on the surface layer of the molded parts by the high cooling rate. This skin layer should be reduced to raise the replication of the mold surface structure. The birefringence and replication properties are important with a transparent amorphous polymer. Semi-crystalline polymer consists of a crystal phase and amorphous phase, which is formed skin-shear core structure with crystallization. The influence of molecular orientation and crystallization in μIM becomes large than conventional injection molding (CIM), because the polymer melt is injected in a cavity by high injection speed and pressure and then is quenched. This molecular orientation and crystallization affects the mechanical, optical, and thermal properties of molded parts. In this chapter, polymers scaling effects as flow behaviors, higher-order structure and engineering properties of molded parts in μIM were clarified.

Optical Properties of High-Density Polyethylene in Injection Press Molding for IR System Lenses

R.Kaneda, T.Takahashi, M.Takiguchi*, M.Hijikata*, H.Ito**

*CHINO Corporation, **Yamagata University

Polymer Engineering & Science, Vol.58, pp.632–641 (2018)

An experimental investigation of injection press molding (IPM) was conducted to assess high infrared radiation (IR) transmittance with an opaque

state (low-visibility ray (VIS) transmittance) necessary for IR system lenses as a target high-density polyethylene (HDPE) IR transmission material. The changed conditions were the cavity open distance and delay time considering the polymer melt flowability. Other molding conditions were held constant. Mold surface roughnesses of two kinds were used. Data for IR and VIS transmittance were evaluated using measurements or observation results obtained for surface roughness, thickness, differential scanning calorimetry (DSC), crystallinity, and the internal structure. Results show that the surface roughness and thickness of molded parts did not influence IR or VIS transmittance. For thin skin layers with low orientation of molecular chains, the IR transmittance was higher for longer delay times. For low molecular chain orientation in the shear-core layer, the VIS transmittance was also low. The molecular chain orientation differed depending on IPM conditions. Setting a longer delay time produced a uniform distribution of the molded part thickness. Furthermore, thickness became a constant value when a mold with high surface roughness was used.

電磁駆動型シリコン MEMS レゾネータ

渡部善幸 矢作徹 阿部泰 村山裕紀
電気学会論文誌 E (センサ・マイクロマシン部門誌), Vol.138, No.8, pp.365-369 (2018)

各種ガスや温度、湿度などの物理、化学量を目的に応じて選択し多変数を同時検出するマルチモーダルセンサの実現を目指し、その要素デバイスである電磁駆動、誘導検出型シリコン MEMS レゾネータを開発した。大気中動作において、87kHz のねじり振動共振は、温度、およびデバイス上の薄膜の質量や応力に大きく依存することを明らかにし、ガス感応膜を搭載したマルチモーダルセンサの可能性を示すことができた。

ウールの T シャツ「991[®]RaYS」

平田充弘 佐藤正樹*

繊維機械学会誌 Vol. 71, No. 7 (2018)

佐藤繊維株式会社は、素材のもつ特性が製品に反映されるよう、オーセンティックを基調とした紳士用高級ニットブランド「991[®]」を発表した。この紳士用ブランド「991[®]」のうち、防縮ウール製品のシリーズ「991[®]RaYS」について紹介した。「991[®]RaYS」は、家庭用洗濯機での取扱いが可能なおうえ、毛玉が発生しにくい特徴をもっている。また、吸水試験から未加工ウール同等の撥水性を保有しているうえ、乾燥性や繊維強力は塩素処理ウールよりも高い性質がある。これは、ウールがスケールを保持された構造をとっていることに由来している。

*佐藤繊維株式会社

地域農産物の生理機能評価と加工利用に関する研究

菅原哲也

日本食品科学工学会誌, Vol. 65(4), pp. 163-169 (2018)

食用ギク花卉に含まれる主要なフラボノイドを単離・精製後、各種機器分析にて化学構造を決定し、種々の生理活性を解析した。さらに、食用ギク花卉に含まれるフラボノイド含有量の品種間差異を解析するとともに、その加工技術を検討し、企業による加工品開発を支援した。オウトウ各栽培品種果実に含まれるアントシアニン、フラボノイドを各種機器分析により同定、定量し、その品種間差異を明らかにした。また、オウトウの主要なアントシアニンの生理活性を動物実験にて解析した。さらに、企業との共同研究によりアントシアニンを高含有するサクランボパウダー（食品素材および天然化粧品素材として販売されている）を開発した。

庄内柿の機能性を活かした食品加工技術開発と商品開発

菅原哲也

食品と容器, Vol. 59(4), pp. 216-222 (2018)

庄内柿の機能性成分を解析し、タンニン以外にもスコプレチンや GABA 等が含まれることを明らかにするとともに、高血圧自然発症ラットを使用して、その血圧調節作用を考察した。

を明らかにするとともに、高血圧自然発症ラットを使用して、その血圧調節作用を考察した。

庄内柿の加工利用として、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。

抄 録 / 口 頭 発 表

電磁駆動型シリコン MEMS レゾネータ

渡部善幸 矢作徹 阿部泰 村山裕紀

第 78 回応用物理学会秋季学術講演会講演予稿集 (2017.9.6)

第 34 回「センサ・マイクロマシンと応用システム」シンポジウム (2017. 10.31)

各種ガスなどの多変数を同時検出するマルチモーダルセンサの実現を目的とし、その要素デバイスである電磁駆動、誘導検出型シリコン MEMS レゾネータを試作した。大気中動作において 87kHz のねじり振動共振を示し、駆動電圧によって共振周波数が変化する現象が見られた。マルチモーダルセンサで動作する場合、駆動、検出の周波数調整や、同期検波に活用できる可能性を示すことができた。

光 MEMS デバイスの開発と OCT 計測への応用

渡部善幸 高橋義行

第 38 回レーザー学会学術講演会 (2018.1.26)

波長帯域に幅のある SLD 等の低コヒーレンス光源や波長走査光源を用いた OCT 光断層画像化法について、タイムドメイン型およびスペクトルドメイン型干渉計に用いる光 MEMS デバイスを開発した。MEMS 技術を用いて、2 軸傾斜ミラー、2 軸傾斜+1 軸単振動ミラー、お

よび 2 軸傾斜グレーティングを作製し、光ファイバ等で構成した干渉計による板厚計測、3 次元形状計測法を実現した。

過電流検知用 TSV 構造 MEMS ロゴスキーコイル

渡部善幸 矢作徹 阿部泰 村山裕紀 九里伸治* 吉田賢一* 指田和之* 新井大輔* 池田克弥*

第 79 回応用物理学会秋季学術講演会講演予稿集 (2018.9.18)

産業用パワーコンディショナに使われるパワーデバイスの過電流検知を目的とし、TSV (シリコン貫通孔) 構造の MEMS ロゴスキーコイルを作製した。デバイス周辺に直径 100 μ m の TSV を多数形成し、ニッケルメッキにより 137 ターンのスパイラル構造を有するロゴスキーコイルを作製した。その結果、電流立ち上がりレート、およびピーク電流の変化に対して線形的に検出できることを確認した。

セルロースナノファイバーを用いたプリンタブル湿度センサの開発

矢作徹 村山裕紀 阿部泰 村上穰 加藤睦人 渡部善幸 加藤雅哉* 日比野秀昭*

第 32 回エレクトロニクス実装学会春季講演大会 (2018.3.6)

本研究では、セルロースナノファイバー (CNF) を感湿膜に用いたプリンタブル湿度センサの開発に取り組んだ。まず MEMS プロセス及びインクジェット印刷で予備実験を行い、次に適切な条件を用いてフレキシブル印刷によるデバイス作製を検討した。印刷で作製した CNF 湿度センサについて評価したところ、市販センサに近い性能を確認し、印刷技術による湿度センサの効率的な大量生産の可能性が示された。

*株式会社太陽機械製作所

ボトムゲート型 a-InGaZnO TFT pH センサの微小 pH 変化への応答

岩松新之輔 竹知和重* 阿部泰 今野俊介 村上穰 矢作徹 加藤睦人 田邊浩* 渡部善幸

第 34 回「センサ・マイクロマシンと応用システム」シンポジウム (2017.11.1)

非晶質インジウム-ガリウム-亜鉛酸化物薄膜トランジスタ (a-InGaZnO TFT) を基本構造に用いた pH センサにおいて、微小 pH 変化応答特性を評価した。イオン感応絶縁膜に膜厚 50 nm の TaOx を用い、被検液にマッキルバイン緩衝液を用いて評価したところ、pH3 感度は 650 mV/pH であり、ネルンスト電位を大きく上回る感度を実現した。次に、被検液をマッキルバイン緩衝液にリン酸水素ナトリウム水溶液を滴下することでアルカリ側に変化させた評価において、0.05 の微小 pH 変化に対する応答を確認した。

* Tianma Japan 株式会社

Demonstration of extended-gate structure for pH sensors based on amorphous indium-gallium-zinc oxide thin-film transistors

Shinnosuke Iwamatsu Kazushige Takechi*

Hiroshi Tanabe* and Yoshiyuki Watanabe

THE 25th INTERNATIONAL WORKSHOP ON ACTIVE-MATRIX FLATPANEL DISPLAYS AND DEVICES (AM-FPD18) (2018.7.6)

For the purpose of improving reliability of our high-sensitivity pH sensor based on the top-gate effect in amorphous indium-gallium-zinc oxide thin-film transistor (a-InGaZnO TFT), we propose extended-gate a-InGaZnO TFT pH sensor having an ALD-AlOx/sputtered-TaOx layered top-gate insulator and a Ti extended-gate electrode. Unlike our previous insulated-gate a-InGaZnO TFT pH sensor, we do not need to immerse the TFT sensor device into the solution, and thus we could expect improvement of its reliability. We discuss our primary results for the extended-gate a-InGaZnO TFT pH sensor, including its pH sensitivity and response to a pH change of 0.05.

* Tianma Japan 株式会社

高濃度カーボンナノチューブ強化ポリイミド複合体の機械的特性

泉妻孝迪 村岡潤一 大津加慎教 村上周平 鈴木庸久*

プラスチック成形加工学会 (2018.6.21)

ポリイミドにカーボンナノチューブ (CNT) を高濃度かつ均一分散させた複合材の成形方法を検討した。CNT をポリイミドの前駆体であるポリアミック酸で被覆したポリアミック酸被覆 CNT 粉を作製し、イミド化反応と成形を同時に行う反応成形により高濃度カーボンナノチューブ強化ポリイミド複合体を成形した。この方法で得られた複合体は CNT 未添加のポリイミド成形体に比べ CNT20wt%において曲げ強さが 1.4 倍、曲げ弾性率が 1.5 倍向上した。

* 秋田県立大学システム科学技術学部機械工学科

カーペット用紡毛糸の減量加工と特性評価

平田充弘 齋藤壱実 小川聖志 今野俊介 渡邊健 工藤正信* 国井浩嘉* 鈴木孝* 渡辺博明*

2017 高分子学会東北支部研究発表会 (2017.11.9)

オリエンタルカーペット株式会社では、カーペット製造後、アルカリ浴で浸漬処理を行う独自技術を有している。今回、当該技術の改良に取り組み、酸性下で塩素処理後、タンパク質分解酵素で処理を行うことで、カーペットの外観や風合いが向上できることがわかった。塩素処理および酵素処理条件の適正化を行った。カーペット表面画像の解析と圧縮特性から外観や風合いを評価した。

* オリエンタルカーペット株式会社

研究成果広報委員

小 林 誠 也 中 野 正 博

鈴 木 剛 大 沼 広 昭

佐 竹 康 史 石 垣 浩 佳

加 藤 睦 人 渡 部 光 隆

山形県工業技術センター報告 No.50(2018)

2019 年（平成 31 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 寒河江印刷株式会社
