

平成 18 年度

# 宮城県産業技術総合センター研究報告

The Annual Research Report of Industrial Technology Institute, MIYAGI Prefectural Government

No.4(2006)

---

---

## 目 次

1. 高精度形状・鏡面加工技術の実用化研究 .....	1
2. 次世代高機能SiCを用いた半導体製造装置・高精度部品の開発 .....	7
3. 県産食材を用いた高齢者向け食品の開発 .....	13
4. 高周波電磁デバイスの開発 .....	20
5. 稲わらを活用した低コスト水田用マルチ資材の開発 .....	24

---

## 高精度形状・鏡面加工技術の実用化研究

齋藤佳史\*・家口心\*・久田哲弥\*・中塚朝夫\*・森由喜男\*\*

\*材料開発・分析技術部 ・ \*\*企画事業推進部

製品の高機能化や高付加価値化が急速に進む現在、超精密鏡面研削加工技術は、高い形状精度と良好な表面粗さを必要とされる製品の製造において必要不可欠な技術である。特に、超精密な測定機や加工機用の部品、半導体製造装置用部品、自由曲面レンズ金型、自由曲面ミラー製品などは、その使用環境を考慮し、耐熱性に優れ、高硬度で寸法の経年変化が少ない超硬合金やセラミックスなどの難加工材料が使用される。当センターでも平成 16 年度までに、これらの難加工材料をターゲットとした超精密鏡面研削加工技術の開発を行い、また同時に多数の企業への技術移転を進めてきた。今後も超精密鏡面研削加工技術の需要は高まると予想される。

そこで、超精密鏡面研削加工技術の更なる高精度化を進めるとともに、本技術の実用化に向けた取り組みを行った。

キーワード：鏡面研削加工、超精密加工、難加工材料、自由曲面形状、円弧包絡研削法、ツルーイング・ドレッシング、有気孔レジノイドボンドダイヤモンド砥石、メタルボンドダイヤモンド砥石

### 1. 緒言

超精密鏡面研削加工技術は、高い形状精度と良好な表面粗さを同時に得ることができる優れた加工技術である。このため、本技術は、製品の高機能化や高付加価値化に対応するための必要不可欠な技術として各種製造メーカーの注目を集めている。当センターでは、平成 10 年度まで平面の鏡面研削加工技術の開発を行い<sup>1)~5)</sup>、平成 11 年度から平成 16 年度までは自由曲面形状の超精密鏡面研削加工技術の開発を行った<sup>6),7)</sup>。この開発においては、トーリック凹面形状を有するガラス製  $f\theta$  レンズ用金型をターゲットとした加工技術として、形状精度  $0.3\mu\text{mPt}$  以下、表面粗さ  $10\text{nmRz}$  以下の加工精度を達成している。さらに、本開発技術の技術移転を県内外の 21 企業に対し延べ 37 件実施するなど、実用化に向けた取り組みも行った。

このように、超精密鏡面研削加工技術のニーズは非常に高い。また、超精密機械部品、次世代光学素子、レンズ用金型などの分野においては、更なる加工精度の向上が求められている現状にある。さらに、本技術を実際の製品開発に適用するためには様々な課題を解決する必要があり、実用化に向けた技術的支援も同時に行う必要がある。

そこで本研究では、これまでに開発した超精密鏡面研削加工技術を更に高精度化させるとともに、本技術の実用化に向けた技術の紹介や技術移転等の取り組みを積極的に行った。

### 2. 超精密鏡面研削加工技術の高精度化

我々はこれまでの開発成果をもとに、更なる超精密鏡面研削加工技術の高精度化を行った。平成 18 年度までの達成目標は、X 線ミラー等の次世代光学素子などへ適用可能となる、形状精度  $0.1\mu\text{mPt}$  以下、表面粗さ  $5\text{nmRz}$  以下である。

#### 2.1 自由曲面形状の超精密鏡面研削加工技術の紹介

平成 16 年度までに開発した超精密鏡面研削加工技術を紹介する<sup>6)</sup>。図 1 に自由曲面研削加工システムの構成を、表 1 に各構成装置の仕様を示す。本システムは超精密 CNC 成形研削盤、NC 制御装置、および

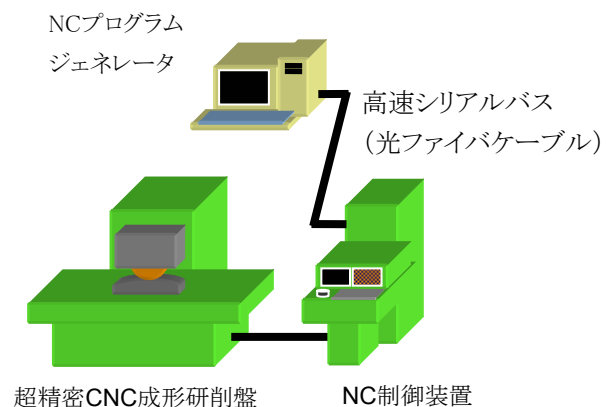


図 1 自由曲面研削加工システムの構成

NC プログラムジェネレータから構成される。また、自由曲面形状創成法には円弧包絡研削法を採用した<sup>8)~10)</sup>。図2に本手法の概念図を示す。円弧包絡研削法は、被加工面上において、円弧断面を有する円盤状の砥石を3次元的に走査することにより、目標とする自由曲面の形状創成を行う方法である。

研削砥石には、高い形状精度と良好な表面粗さを同時に得られる超微粒有気孔レジノイドボンドダイヤモンド砥石を適用した。また、円弧断面形状を有する砥石の高精度・高能率ツルueing・ドレッシング方法も開発した。さらに、超精密・高能率加工のための加工条件の最適化も実施した。

## 2.2 更なる加工技術の高精度化の開発課題

平成16年度までの開発から明らかとなった加工技術の更なる高精度化に向けた開発課題を以下に示す。

- ・表面粗さを向上させるため、砥石粒度12000以上の超微粒有気孔レジノイドダイヤモンド砥石のツルueing・ドレッシング方法を再検討する。
- ・長軸・短軸の形状精度を同時に向上させるため、砥石の走査方向による特性を考慮した加工プログラムを検討する。

## 2.3 本研究の開発内容と成果

2.2で挙げた開発課題を解決するための具体的な開発内容とその成果を以下に示す。

### (1) ツルueing・ドレッシング方法の開発

我々は、これまでに円弧断面形状を有する有気孔レジノイドボンドダイヤモンド砥石のツルueing・ドレッシング

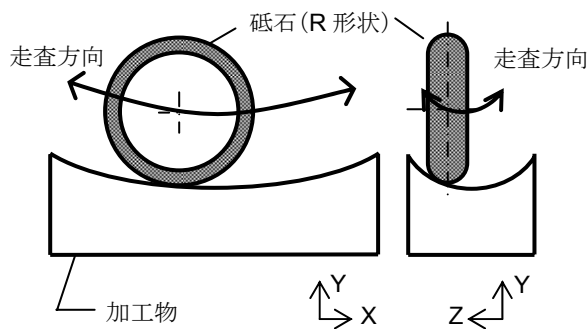


図2 円弧包絡研削法の概念図

ング技術として、ステンレスロール法(SUS304材)<sup>5)</sup>や単石ダイヤモンドドレッサ法<sup>11)</sup>などを確立している。しかし、良好な表面粗さを得られる砥石粒度#12000以上の超微粒砥石の場合、これまで確立した方法では目詰まりが生じやすく、加工面に微細な傷が生じるなどの影響も見られたことから、ツルueing・ドレッシング方法を再検討する必要がある。

そこで本研究では、砥石粒度#12000以上の有気孔レジノイドボンドダイヤモンド砥石の新たなツルueing・ドレッシング方法として、単石ダイヤモンドドレッサ法とGCロール法を組み合わせる方法を開発した。

GCロール法の概念図を図3に示す。GCロール法は、ステンレスロール法と同様、回転する円盤状のGCロールドレッサに対し、砥石およびドレッサの円弧断面が接するように砥石に往復円弧運動を与えながら徐々に切込み、GCロールドレッサと砥石の共削りを行うものである。

開発したツルueing・ドレッシング方法(以下、単石ダイヤモンド・GCロール法という)の手順は以下のとおりである。

- ・砥石を単石ダイヤモンドドレッサ法でツルueingする。
- ・GCロール法にて、ツルueing後の砥石でGCロールドレッサの断面形状の修正を行う(砥石の周速度大)。
- ・GCロール法にて、砥石表面をドレッシングする(砥石の周速度小)。

ここでは、砥石粒度#12000の超微粒有気孔レジノイドボンドダイヤモンド砥石を使用した場合の、各ツルueing・ドレッシング方法における表面粗さと形状精度に

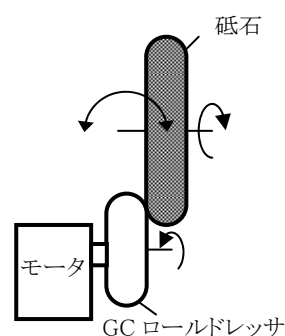


図3 GCロール法

表1 自由曲面研削加工システム構成装置の仕様

超精密 CNC 成形平面研削盤	ナガセインテグレックス(株)製 SGU52SXS4 3軸油静圧案内、ボールねじ駆動、油静圧スピンドル軸受 スケールフィードバック・フルクロード制御 位置決め分解能: X(左右):0.1μm、Y(上下):0.01μm、Z(前後):0.01μm
NC 制御装置	ファナック(株)製 15i 同時3軸制御

について検討する。実験において、加工形状は円筒形状とした。

図 4 に各ツルーイング・ドレッシング方法における砥石送り速度と表面粗さの関係を示す。ここで、○、△、□はそれぞれステンレスロール法、単石ダイヤモンドドレッサ法(先端 R0.1mm)、単石ダイヤモンド・GC ロール法(粒度 # 8000)における表面粗さを示している。この結果より、単石ダイヤモンド・GC ロール法はステンレスロール法と同様に、全ての砥石送り速度において 6nmRz 前後の良好な表面粗さが得られた。

図 5 に各ツルーイング・ドレッシング方法における砥石送り速度と短軸方向の形状精度の関係を示す。図中、○、△、□はそれぞれステンレスロール法、単石ダイヤモンドドレッサ法(先端 R0.1mm)、単石ダイヤモンド・GC ロール法(粒度 # 8000)における短軸方向の形状精度を示し、●、▲、■は各ツルーイング・ドレッシング方法において機械の動作精度に起因する象限突起部の影響を省いた短軸方向の形状精度を示す。この結果より、単

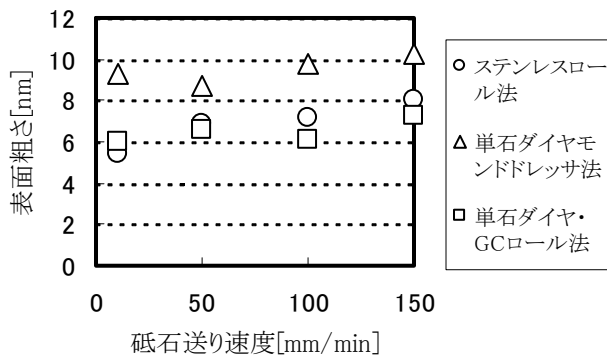


図 4 各ツルーイング・ドレッシング方法における砥石送り速度と表面粗さの関係

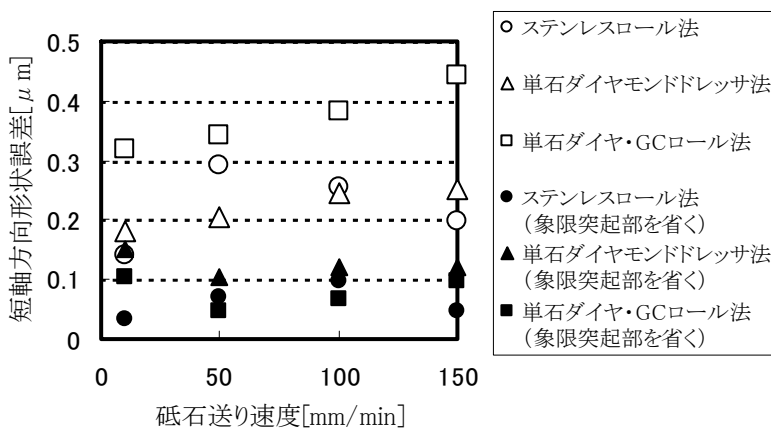


図 5 各ツルーイング・ドレッシング方法における砥石送り速度と短軸方向形状精度の関係

石ダイヤモンド・GC ロール法では象限突起が顕著となる結果が得られた。これは、他の方法に比べて砥石表面の目立てが良好であり、砥石の切れ味が向上したためと考えられる。象限突起を省いた形状精度に関しては、全てのツルーイング・ドレッシング方法において 1 μmPt 程度の結果が得られた。

単石ダイヤモンド・GC ロール法の場合には、他の方法よりも研削抵抗が大きくなるまでの加工量が大幅に増加した。また、研削加工面に生じる微細な傷が少ない傾向が見られた。さらに、砥石表面を再度ドレッシングするだけで、砥石断面の形状精度を低下させることなく砥石の切れ味を回復させることが可能であった。

## (2) 砥石の走査方向について

砥石の走査方向には、図 6 に示すように砥石軸方向に連続的に走査するクロス研削加工と砥石軸と垂直方向に連続的に走査するパラレル研削加工がある。これまで、表面粗さと短軸方向の形状精度の優位性からクロス研削加工のみでは長軸方向の形状精度を更に高めることは困難であった。このため、長軸方向と短軸方向の形状精度を両方向向上させる手法としてクロス研削加工とパラレル研削加工を併用した加工方法の適用を試みた。

クロス・パラレル併用研削加工の検討においては、各研削方法の割合、所要加工時間、最終加工面の表面粗さなどを考慮し、最適な加工プログラムを導出した。

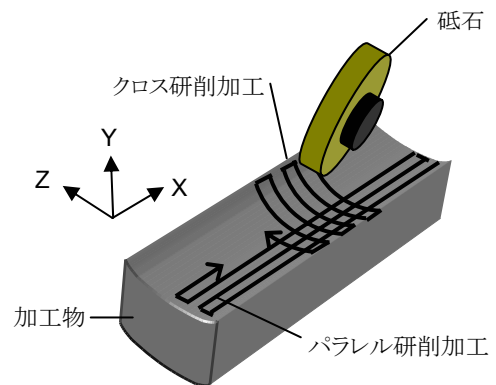


図 6 砥石の走査方向

## 2.4 超合金製自由曲面金型の加工事例

これまでの開発成果として、超精密・高能率研削技術

表 2 サンプルの主要寸法

L [mm]	50
W [mm]	18
$R_m$ [mm]	500
$R_s$ [mm]	65

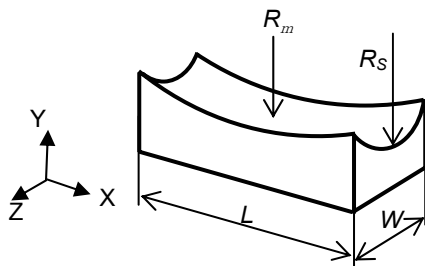


図 7 トーリック凹面金型

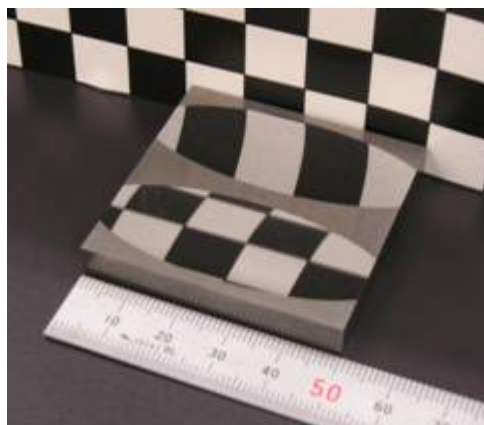
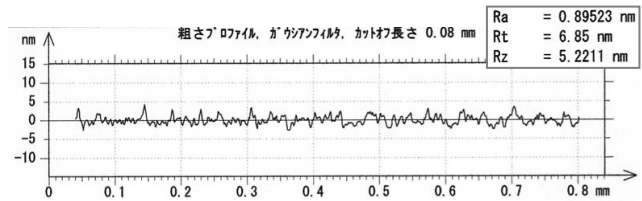


図 8 トーリック形状に加工されたサンプル

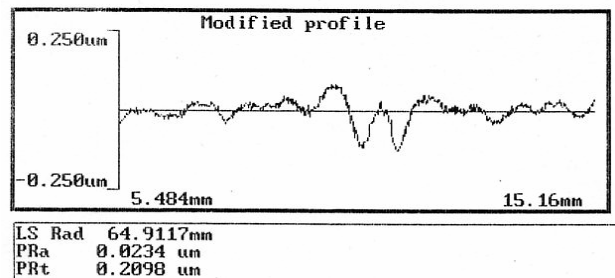
を利用した、トーリック凹面形状を有するガラス製  $f\theta$  レンズ用超合金製金型の加工事例について紹介する。図 7 にサンプルの概略を、表 2 に主要寸法を示す。ここで、 $R_m$  は YX 断面における円弧半径を、 $R_s$  は YZ 断面における円弧半径である。

本加工においては、砥石粒度 #12000 レジノイドボンドダイヤモンド砥石を使用し、ツルーイング・ドレッシングには、単石ダイヤ・GC ロール法を適用した。また、クロス・パラレル研削加工を併用した最適な加工プログラムにより加工を行った。図 8 に加工後のサンプルの外観を、図 9 に非接触三次元表面粗さ計 (Taylor Hobson 製 Talysurf CCI6000) により測定した表面粗さと、接触式の表面粗さ形状測定機 (Taylor Hobson 製 Form Talysurf S5) により測定した短軸方向および長軸方向の形状精

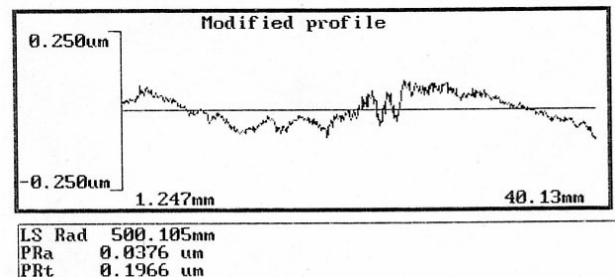
度の測定結果を示す。表面粗さは 5nmRz、短軸方向および長軸方向とも形状精度は約  $0.2 \mu\text{mPt}$  程度であった。形状精度に関しては、最終目標の  $0.1 \mu\text{mPt}$  には到達



(a) 表面粗さ結果



(b) 短軸方向の形状精度



(c) 長軸方向の形状精度

図 9 加工サンプルにおける表面粗さと短軸および長軸方向の形状精度

できなかったが、長軸、短軸ともに加工精度を向上させることができ、良好な結果が得られた。最終仕上げ時の主な加工条件を表 3 に示す。

## 3. 更なる高精度化に向けた取り組み

これまでは良好な表面粗さが得られる超微粒有気孔レジノイドボンドダイヤモンド砥石を使用していた。しかし、有気孔レジノイドボンドダイヤモンド砥石は弾性変形が生じやすく、これまで以上の形状精度の向上が困難であると考えられる。このため、新規砥石として弾性変形の影響が小さいメタルボンドダイヤモンド砥石を導入し、その有効性を検討した。

ここでは、砥石粒度 #12000 のメタルボンドダイヤモンド砥石と有気孔レジノイドボンドダイヤモンド砥石との比

表 3 最終仕上げ時の研削加工条件

使用砥石	有気孔レジノイドボンドダイヤモンド砥石 (SD12000L50、255D-20T-5X-33R、 東京ダイヤモンド工具製作所製)
研削液	ケミカルソリューションタイプ、2.5%
ツルーイング・ドレッシング方法	単石ダイヤモンド・GC ロール法
被加工面上設定格子間隔[mm]	$\Delta X=0.1$ 、 $\Delta Z=0.05$
砥石送り速度[mm/min]	100
砥石の走査方向	クロス・パラレル併用加工
砥石切込み量[ $\mu m$ ]	1、0.5、0.2
砥石周速度[m/min]	800

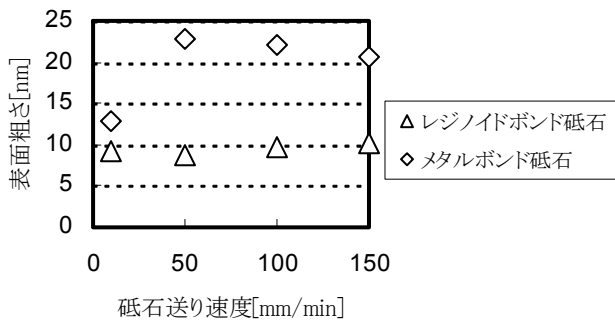


図 10 各砥石における砥石送り速度と表面粗さの関係

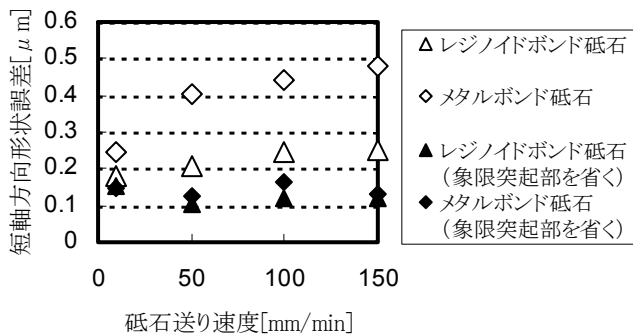


図 11 各砥石における砥石送り速度と短軸方向形状精度の関係

較を行った。なお、各砥石のツルーイング・ドレッシングには、両者に適用可能な単石ダイヤモンドドレッサ法を使用した。

図 10 に砥石粒度 # 12000 の各砥石における砥石送り速度と表面粗さの関係を示す。ここで、 $\Delta$ 、 $\diamond$ はそれぞれレジノイドボンド砥石、メタルボンド砥石における表面粗さを示している。この結果より、メタルボンド砥石の表面粗さは 20nmRz 程度であり、レジノイドボンド砥石と比べて表面粗さは悪化する結果となった。

図 11 に砥石粒度 # 12000 の各砥石における砥石送

り速度と短軸方向の形状精度の関係を示す。ここで、 $\Delta$ 、 $\diamond$ はそれぞれレジノイドボンド砥石、メタルボンド砥石における短軸方向の形状精度を示し、 $\blacktriangle$ 、 $\blacklozenge$ は各砥石における象限突起の影響を省いた短軸方向の形状精度を示している。この結果より、レジノイドボンド砥石と比べてメタルボンド砥石では象限突起が顕著となった。これは、砥石の弾性変形が少なく機械の動作精度をより転写するためと考えられる。象限突起を省いた形状精度は、両砥石とも 1.5  $\mu mPt$  程度の良好な結果が得られた。また、メタルボンドダイヤモンド砥石には、砥石粒度 # 12000 の超微粒砥石においてもレジノイドボンド砥石と比べて砥石の目詰まりが少ないなどの優位性が確認された。

今後、良好な表面粗さと同時に、更に高い形状精度が得られる砥石としてメタルボンド砥石に注目し、加工技術の開発を進める。

#### 4. 高精度形状・鏡面研削技術の実用化の取り組み

本開発技術の実用化を進める取り組みとして、県内企業への企業訪問や学会へのパネル展示、展示会への出展など、本開発技術の紹介を積極的に行った。特に、国際的な展示会である SEMICON Japan 2006 では、国内外の半導体デバイスメーカー、半導体製造装置メーカーなどの高い注目を集めた。さらに、地域新生コンソーシアム事業において、高機能 SiC 材の超精密研削加工技術の開発を行った。

また、平成 17 年度から平成 18 年度までの二年間において、県内外 7 企業、延べ 14 件の技術移転を実施した。特に、本技術は、より高い精度が要求される製品の開発や新規材料に対する超精密鏡面研削加工技術の開発などに利用されている。今後も本技術は、更にニーズは高まると考えられる。我々も、継続して更なる加工技術の高精度化を行う。

## 5. 結言

高い形状精度と良好な表面粗さを同時に実現できる、超精密鏡面研削加工技術の更なる高精度化と本技術の実用化の推進を行い、次のような結果を得た。

- (1) 超微粒有気孔レジノイドボンドダイヤモンド砥石の新たなツルーイング・ドレッシング方法として、単石ダイヤモンドドレッサ法と GC ロール法を組み合わせた方法を開発した。
- (2) 砥石走査方向の特性を考慮し、加工プログラムの最適化を行うことで、長軸・短軸の形状精度を同時に高めることができた。
- (3) トーリック凹面形状を有するガラス製  $f\theta$  レンズ用超硬合金製金型の加工において、形状精度  $0.2\ \mu\text{mPt}$ 、表面粗さ  $5\text{nmRz}$  で加工する技術を開発した。
- (4) 超微粒メタルボンドダイヤモンド砥石を使用した加工技術の開発を行った。
- (5) 本開発技術の実用化を進める取り組みとして、企業訪問や展示会への出展を行った。また、技術移転を7企業、延べ12件実施した。

## 参考文献

- 1) 森由喜男, 和嶋直, 久田哲弥:特開 2003-260646 号
- 2) 森由喜男:特許第 2977508 号
- 3) 和嶋直, 森由喜男:特許第 3678986 号
- 4) 森由喜男, 和嶋直, 久田哲弥, 渡辺洋一:特許第 3014963 号
- 5) 森由喜男, 和嶋直, 鈴木福雄, 佐々木泰孝, 高橋正直, 児玉省明:宮城県工業技術センター研究報告, 27(1996), P13.
- 6) 森由喜男, 久田哲弥, 和嶋直, 林正博, 渡邊洋一, 家口心, 齋藤佳史:宮城県産業技術総合センター研究報告, 2(2004), P15.
- 7) 庄司克雄ほか:超精密加工と非球面加工(2004), P177.
- 8) 厨川常元, 立花亨, 庄司克雄, 森由喜男:日本機械学会論文集(C編), 63, 611(1997-7), P2532.
- 9) T.KURIYAGAWA, M.S.SEPASY, H.SUZUKI, K.SHOJI: Advanced in Abrasive Technology, vol. 1(1997), P217.
- 10) 庄司克雄ほか:H12 年度地域コンソーシアム事業「パレル研削方式による高精度非球面光学素子創成技術の研究開発」成果報告書(2001), P66.
- 11) 厨川常元, セハシ・サマティ・モハマド・サイド, 鈴木浩文, 庄司克雄, 和嶋直, 千葉浩之:砥粒加工学会講演論文集(1997), P149.

## 次世代高機能 SiC を用いた半導体製造装置・高精度部品の開発

家口心\*・齋藤佳史\*・久田哲弥\*・中塚朝夫\*・森由喜男\*\*

\*材料開発・分析技術部 ・ \*\*企画事業推進部

次世代高機能 SiC は気孔を有しておらず超精密加工が可能であるが、高硬度の SiC と脆性材の Si との複合材であるため、高精度な加工技術が確立されていない。そこで半導体製造装置用部品や次期望遠鏡用ミラーを製品ターゲットとし、本材料の高精度な研削加工技術の開発を行った。その結果、表面粗さ 20nmRz、平面度 2  $\mu$  m の平面、および表面粗さ 15nmRz、形状精度 0.5  $\mu$  m の凹球面を加工できる技術を開発した。

キーワード: 次世代高機能 SiC、平面研削加工、球面研削加工、鏡面研削加工、ダイヤモンド砥石

### 1. 緒言

SiC は構造用セラミックスとして軽量、高強度、低熱膨張、高耐摩耗性という優れた特徴を持つが、従来品は無数の気孔を有するため、高い形状精度と表面粗さが要求される高付加価値部品へ、そのままでは適用することができない。現在は表面に無気孔 SiC を成膜することで精密加工部品に使用されているが、製品が高額でリードタイムが長いなどの問題がある。

一方、本開発で被削材として用いた次世代高機能 SiC<sup>1)</sup>は気孔を有しておらず超精密加工が可能であるが、高硬度の SiC と脆性材の Si との複合材であるため、高精度な加工技術が確立されていない。本材料について、半導体製造装置用部品(例:XY テーブル部品、ウエハ搬送用アーム)や、次世代の光学部品(例:宇宙望遠鏡用ミラー)などへの適用を想定し、それに要求される形状精度(平面度を含む)と表面粗さを実現するための、超精密鏡面平面/曲面の研削加工技術を開発する。

### 2. 平面研削加工

半導体製造装置用部品の加工を想定し、高精度な平面研削加工技術の開発を行った。本開発の目標は表面粗さ 200nmRz、平面度 1  $\mu$  mPV(Peak-Valley)とした。本開発における主な加工条件を表 1 に示す。

#### 2.1 レジノイドボンドダイヤモンド砥石による加工

##### 2.1.1 #2000 砥石による加工

我々は、これまでに高硬度鋼や超硬合金などの超精密鏡面研削加工技術を開発している<sup>2)~5)</sup>。本技術は #2000 から #3000 の粒度の有気孔レジノイドボンドダイヤモンド砥石を用いて高能率に鏡面仕上げするものであり、表面粗さ 50nmRz、平面度 1  $\mu$  m を達成している。そこで、まずは本技術を次世代高機能 SiC の加工に適用し、加工特性についての検証を行った。

#2000 のレジノイドボンド砥石で加工したサンプルは完全な鏡面とはならず、白濁した面となった。図 1 に表面粗さ曲線を示す。この粗さ曲線には鋭い凹みがあり、300nmRz を超える表面粗さとなった。図 2 に表面観察像を示す。この図から分かるように、SiC のマトリックス(灰色の領域)に残留 Si(白色の領域)が分散しており、その他に黒色の部分が存在している。図 3 に SEM による表面観察像を示す。この図より、図 2 で観察された黒色の部分は空孔部であることが分かる。このことから図 1 の表面粗さ曲線において観察された凹みはこの空孔によるものと判断される。

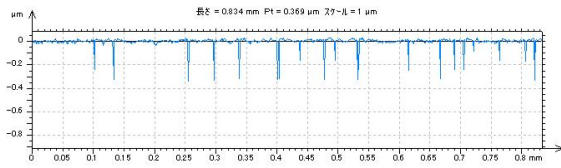
##### 2.1.2 #5000 砥石による加工

さらに粒度の細かい #5000 のレジノイドボンド砥石による加工も試みた。その結果、加工面は曇りの無い鏡面となった。図 4 に表面観察像を、図 5 に表面粗さ曲線を示す。加工面に空孔は観察されず、18nmRz の表面粗さが得られた。このことから、#2000 の砥石で加工した面において観察された空孔は、素材の欠陥ではなく加工により発生した脱粒であり、#5000 の砥石による加工ではそれ

表 1. 平面研削加工の条件

供試材	次世代高機能 SiC (直径 130mm、高さ 15mm)
加工機	ナガセインテグレックス製平面研削盤 SGM-52E
使用砥石	有気孔レジノイドボンドダイヤモンド砥石 (#2000、#5000) ビトリファイドボンドダイヤモンド砥石 (#2000、#5000、#8000)
ドレッサ	SUS ブロック(対レジノイドボンド) GC ブロック(対ビトリファイドボンド)
研削液	ケミカルソリューションタイプ(40 倍希釈)





測定機: テーラーホブソン製タリサーフ CCI6000

図1. #2000 レジノイドボンド砥石で加工した面の表面粗さ曲線(表面粗さ: 369nmRz)

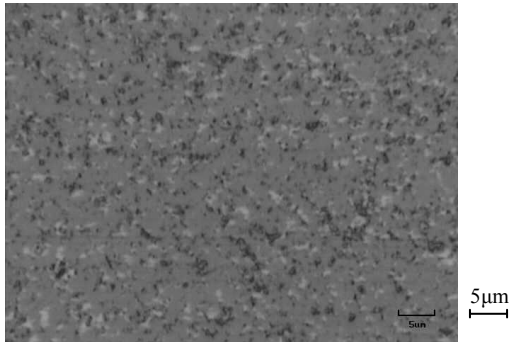


図2. #2000 レジノイドボンド砥石で加工した面の表面観察像

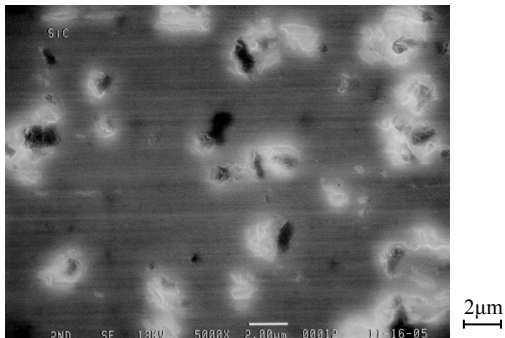


図3. #2000 レジノイドボンド砥石で加工した面の SEM による表面観察像

が抑制されたものと推察される。図 6 に#5000 の砥石で加工した面の左右送り方向と、前後送り方向の形状誤差曲線を示す。この図から加工面の端部には $6\mu\text{m}$  を超える面ダレが発していることが分かる。一般に、レジノイドボンド砥石は、メタルボンド砥石やビトリファイドボンド砥石と比較して弾性変形が起こりやすい。砥石の弾性変形は加工時の衝撃を吸収するため鏡面仕上げを行う上では好都合であるが、同時に平面度を低下させる一因となる。本加工においてもサンプルと砥石の接触時に砥石の弾性変形が発生し、著しい面ダレが生じたものと思われる。

## 2.2 ビトリファイドボンドダイヤモンド砥石による加工

2.1 節の結果をふまえ、平面度の改善を目的としてレ

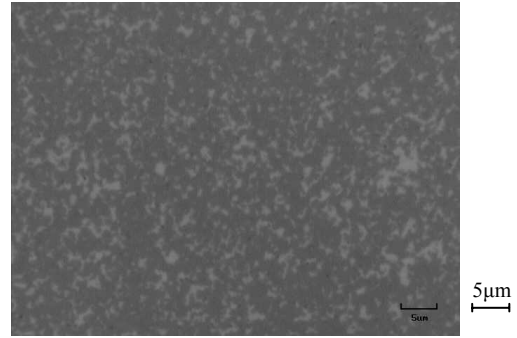
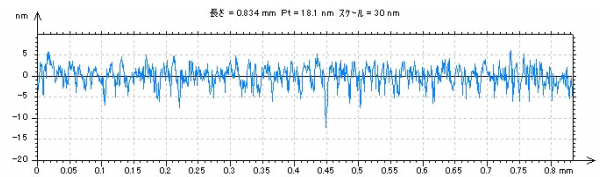
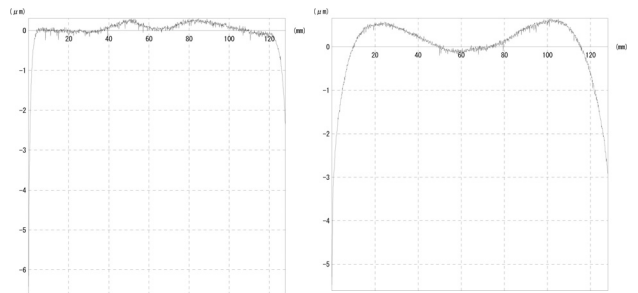


図4. #5000 レジノイドボンド砥石で加工した面の表面観察像



測定機: テーラーホブソン製タリサーフ CCI6000

図5. #5000 レジノイドボンド砥石で加工した面の表面粗さ曲線(表面粗さ: 18nmRz)



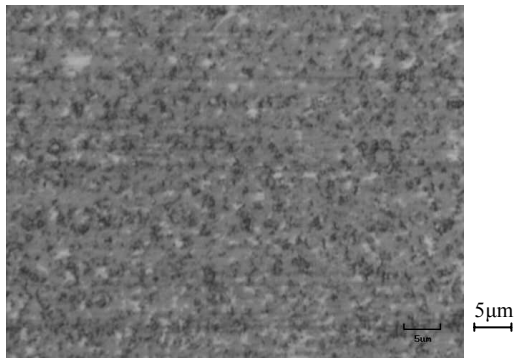
左右送り方向 ( $6.93\mu\text{mPV}$ ) 前後送り方向 ( $6.27\mu\text{mPV}$ )

測定機: 三鷹光器製 NH-3SP

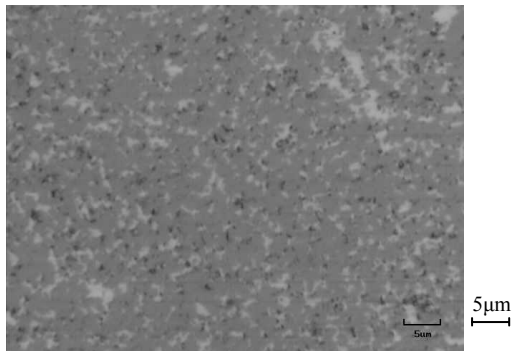
図6. #5000 レジノイドボンド砥石で加工した面の断面形状曲線

ジノイドボンド砥石と比較して弾性変形が起こりにくいビトリファイドボンド砥石を用いた加工実験を行った。

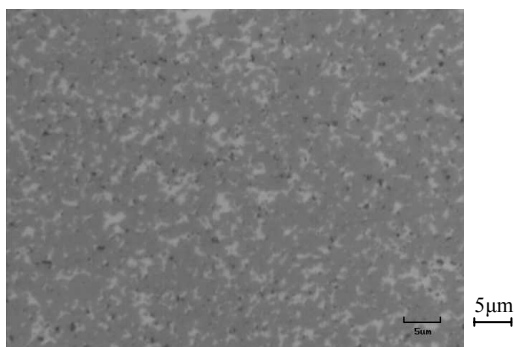
本実験では、#2000、#5000、#8000 の粒度のビトリファイドボンド砥石を用いた。図 7 に各粒度のビトリファイドボンド砥石で加工した面の表面観察像を示す。粒度の細かい砥石を使用するほど脱粒が抑制される傾向が見られたが、最も細粒の#8000 の砥石を用いても脱粒を完全に抑制することはできなかった。図 8 に#8000 の砥石で加工した面の脱粒の無い部分と脱粒を含む部分における粗さ曲線を示す。表面粗さは脱粒の無い部分では $24\text{nmRz}$  であるが、脱粒部を含めると $200\text{nmRz}$  を上回る値となった。



粒度: #2000



粒度: #5000



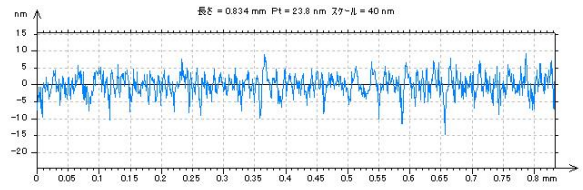
粒度: #8000

図7. 各粒度のビトリファイドボンド砥石で加工した面の表面観察像

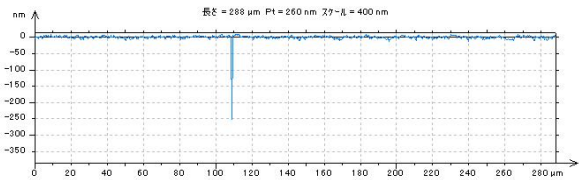
図9に#8000の砥石で加工した面の左右送り方向と前後送り方向の断面形状曲線を示す。ビトリファイド砥石で加工した場合には面ダレは抑制され、 $1\mu\text{m}$ 以下のPV値となった。

### 2.3 ビトリファイドボンド砥石とレジノイドボンド砥石の併用による加工

これまでの結果から、レジノイドボンド砥石では表面粗さは良いものの、面ダレによる平面度の悪化が見られ、一方、ビトリファイドボンド砥石では面ダレは抑制できるものの脱粒が発生し、表面粗さが $200\text{nmRz}$ を超えることが分かった。これに対して、ビトリファイドボンド砥石を用



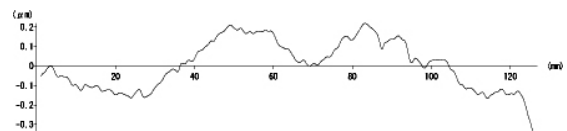
脱粒の無い部分 (表面粗さ:  $24\text{nmRz}$ )



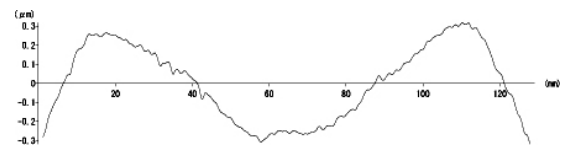
脱粒のある部分 (表面粗さ:  $260\text{nmRz}$ )

測定機: テーラーホブソン製タリサーフ CCI6000

図8. #8000のビトリファイドボンド砥石で加工した面の表面粗さ曲線



左右送り方向 ( $0.56\mu\text{mPV}$ )



前後送り方向 ( $0.63\mu\text{mPV}$ )

測定機: 三鷹光器製 NH-3SP

図9. #8000 ビトリファイドボンド砥石で加工した面の断面形状曲線

いた予備仕上げにより予め平面度を向上させ、その後、レジノイドボンド砥石による仕上げを行うことにより、最小限の面ダレで脱粒のない仕上げ面が得られる可能性がある。そこで、ビトリファイドボンド砥石とレジノイドボンド砥石を併用した実験を試みた。

図10に#5000ビトリファイドボンド砥石による予備仕上げを行った後、#5000レジノイドボンド砥石による最終仕上げを行ったサンプルの外観を示す。#5000レジノイドボンド砥石のみを使用して加工した場合と同様に曇りの無い鏡面が得られた。本加工でも図4で示した表面観察像と同様に加工面において脱粒は確認されず、表面粗さは $20\text{nmRz}$ であった。

図11に左右送り方向と前後送り方向における断面形状を示す。この図から分かるようにサンプルの端部におい

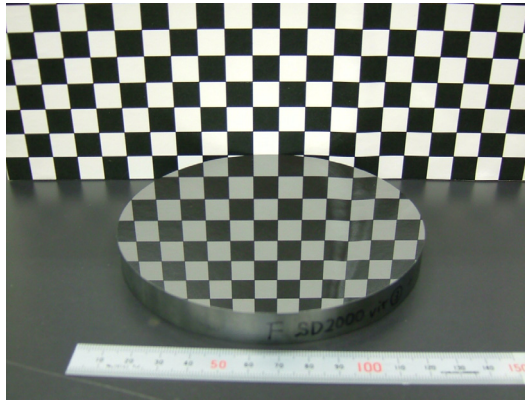
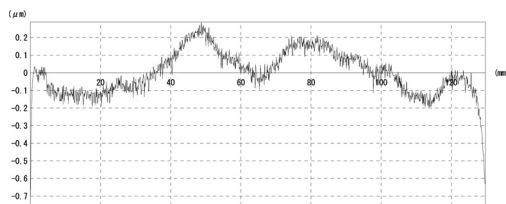
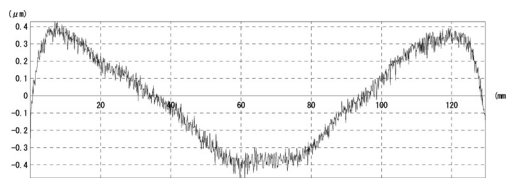


図10. #5000 のビトリファイドボンド砥石とレジノイドボンド砥石を併用して加工したサンプルの外観



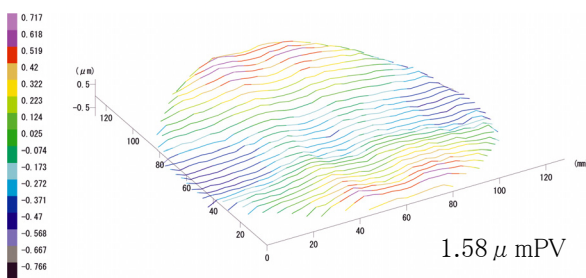
左右送り方向 (1.04 μmPV)



左右送り方向 (0.91 μmPV)

測定機: 三鷹光器製 NH-3SP

図11. #5000 のビトリファイドボンド砥石とレジノイドボンド砥石を併用して加工した面の断面形状曲線



測定機: 三鷹光器製 NH-3SP

図12. #5000 のビトリファイドボンド砥石とレジノイドボンド砥石を併用して加工した面の平面度測定結果

て若干の面ダレが確認され、断面形状の PV 値は左右送り方向において 1.04 μm、前後送り方向において 0.91 μm となった。レジノイドボンド砥石のみで加工を行った場合には端部の面ダレにより両断面とも PV 値が 6 μm を超えていたことから、ビトリファイドボンド砥石とレジノイドボンド砥石の併用が、鏡面仕上げ時の面ダレの

抑制に有効であることが分かった。図 12 に平面度の測定結果を示す。本測定の結果、平面度は約 1.6 μm であることが分かった。

### 3. 曲面(凹球面)の研削加工

X 線ミラーや次期望遠鏡用ミラーの加工を想定し、曲面(球凹面)の加工技術の開発を行った。本開発の目標は形状精度 0.5 μmPt、表面粗さ 10 nmRz とした。

#### 3.1 加工条件

本開発における主な加工条件を表 2 に示す。

##### 3.1.1 加工装置

本開発を行うにあたり、超精密成形平面研削盤に市販のワーク回転用エアスピンドルユニットを搭載すると共に、軸対称非球面加工用の NC プログラムを生成するソフトを開発し、サンプルを回転させながら加工できるシステムを構築した。

##### 3.1.2 研削砥石

曲面の加工を行うにあたり、本開発ではトーリック形状の砥石を用いた<sup>6)~9)</sup>。また、形状精度を追求するためには砥石の弾性変形は小さい方が望ましい。そこで本開発では、単石ダイヤモンドドレッサによる高効率な成形<sup>10)</sup>が可能で、レジノイドボンド砥石と比較して弾性変形の小さいメタルボンド砥石を導入した。

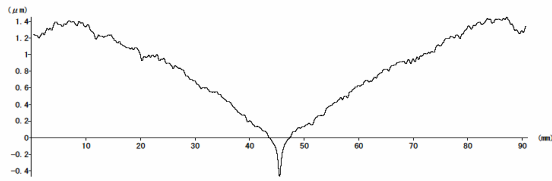
#### 3.2 加工結果および考察

##### 3.2.1 #2000 メタルボンド砥石による加工

#2000 のメタルボンド砥石を用いた加工では、平面研削加工の結果と同様に加工面に無数の脱粒が発生し表面粗さは 200nmRz を上回る値となった。#2000 のメタルボンド砥石を用いて加工した場合の形状誤差曲線を図 13 に示す。形状精度は 1.9 μmPt であった。

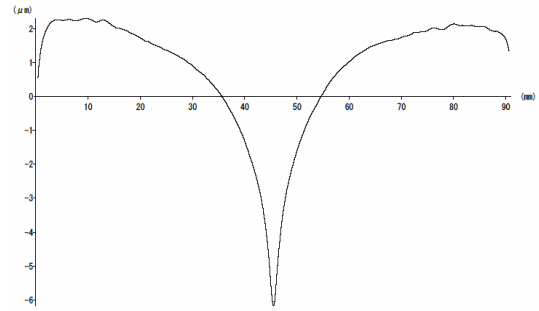
表 2. 曲面研削加工の条件

供試材	次世代高機能 SiC (直径 130mm、高さ 15mm)
加工形状	凹球面(曲率半径 450mm)
加工機	ナガセインテグレックス製超精密 CNC 研削盤 SGU52SXS4
ワーク回転 用スピンドル	キャンノン製 SP-150H05
使用砥石	有気孔レジノイドボンドダイヤモンド砥石(#5000)
	メタルボンドダイヤモンド砥石 (#2000、#12000)
ドレッサ	SUS ロール(対レジノイドボンド) <sup>11)</sup>
	単石ダイヤモンド(対メタルボンド)
研削液	ケミカルソリューションタイプ(40 倍希 釈)



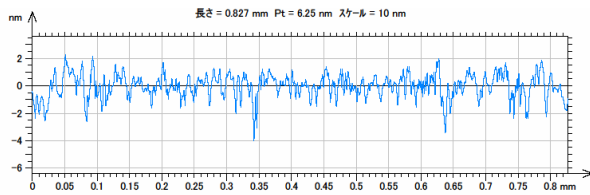
測定機: 三鷹光器製 NH-3SP

図13. #2000 メタルボンド砥石により加工した面の形状誤差曲線(形状精度:1.9 μmPt)



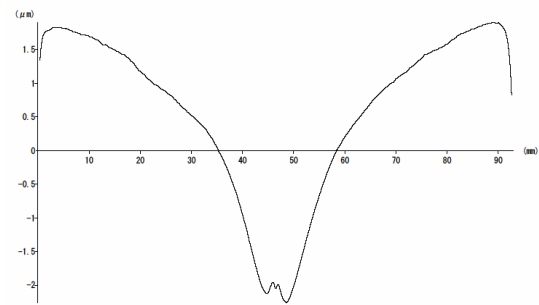
測定機: 三鷹光器製 NH-3SP

図15. #5000 レジノイドボンド砥石で加工した面の形状誤差曲線(形状精度:8.4 μmPt)



測定機: テーラーホブソン製タリサーフ CC16000

図14. #5000 レジノイドボンド砥石で加工した面の表面粗さ曲線(表面粗さ:6nmRz)



測定機: 三鷹光器製 NH-3SP

図16. #5000 レジノイドボンド砥石で補正加工した面の形状誤差曲線(形状精度:4.1 μmPt)

### 3.2.2 #5000 有気孔レジノイドボンド砥石による加工

#2000 のメタルボンド砥石を用いた加工では加工面の脱粒が起こり、良好な表面性状が得られないことが分かった。そこで、#2000 のメタルボンド砥石による加工後に#5000 の有気孔レジノイドボンド砥石による加工を実施した。サンプルの表面粗さ曲線を図 14 に示す。加工面に脱粒は見られず、11.2nmRz の表面粗さが得られた。また、断面の形状誤差曲線を図 15 に示す。端部の面ダレと中央部の凹みが発生し、8.4 μmPt の形状精度となった。この形状精度を改善するため、本サンプルに対し補正加工を試みた。その手順は、①加工したサンプルの形状誤差曲線から近似多項式を計算し、各項の符号を反転して補正項とする、②元の設計式に補正項を加算し新たな設計式を求める、③新たに計算した設計式に基づいてツールパスを生成し追加工を行う、というものである。なお本補正加工では補正項として 10 次の多項式を用いた。図 16 に補正加工後のサンプルの形状誤差曲線を示す。形状精度は 4.1 μmPt であり、補正加工前よりは改善したが目標の形状精度までは到達しなかった。

### 3.2.3 #12000 メタルボンド砥石による加工

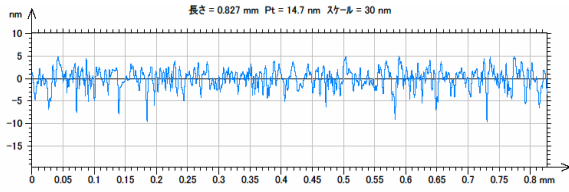
#2000 のメタルボンド砥石では脱粒が発生し、目標の表面粗さの達成が困難であることが分かった。また、レジノイドボンド砥石による加工では形状精度の追求が困難であることが分かった。そこで、さらに粒度の細かい #12000 のメタルボンド砥石を用いて表面粗さと形状精度の両立の可能性について検証した。サンプルの表面

粗さ曲線を図 17 に示す。加工面に脱粒は殆ど見られず、11.2nmRz の表面粗さが得られた。またサンプルの形状誤差曲線を図 18 に示す。形状精度は 5.0 μmPt であった。このサンプルに対しても前記と同様の補正加工を行った。補正加工後の形状誤差曲線を図 19 に示す。補正加工により形状精度は 0.4 μmPt まで改善した。図 20 に加工したサンプルの外観を示す。

## 4. 結言

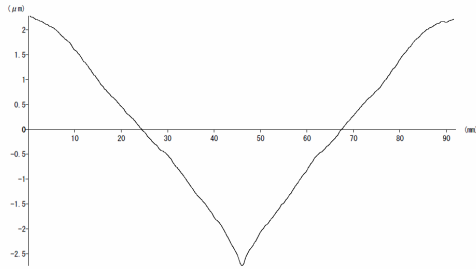
次世代高機能 SiC について、研削による平面、曲面の高精度加工技術の開発を行った。本開発により得られた知見を下記に示す。

- 1) レジノイドボンド砥石による加工では、粒度の粗い砥石を用いた場合、脱粒が発生するが、#5000 以上の粒度の砥石を用いることにより脱粒を抑制できる。
- 2) レジノイドボンド砥石のみによる加工では端部において大きな面ダレが発生する。
- 3) ビトリファイドボンド砥石による加工では端部における面ダレは抑制できるものの、#8000 の砥石を用いても脱粒を完全には抑制できない。



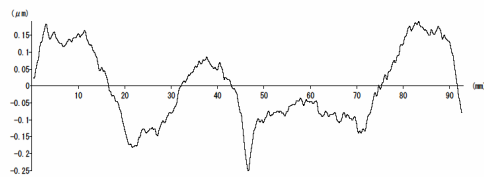
測定機: テーラーホブソン製タリサーフ GC16000

図17. #12000 メタルボンド砥石で加工した面の表面粗さ曲線 (表面粗さ: 15nmRz)



測定機: 三鷹光器製 NH-3SP

図18. #12000 メタルボンド砥石で加工した面の形状誤差曲線 (形状精度: 5.0 μ mPt)



測定機: 三鷹光器製 NH-3SP

図19. #12000 メタルボンド砥石で補正加工した面の形状誤差曲線 (形状精度: 0.4 μ mPt)

- 4) ビトリファイドボンド砥石により予備仕上げを行った後、#5000 以上のレジノイドボンド砥石により最終仕上げを行うことにより、2 μ mPV の平面度と 20nmRz 以下の表面粗さを両立できる。
- 5) レジノイドボンド砥石による球面の加工では、中央部の凹み、端部における面ダレなどの発生により高い形状精度を得ることが困難である。
- 6) #12000 のメタルボンド砥石による球面の加工では、本来の設計データから生成したツールパスによる一次加工、および形状誤差の測定結果をツールパスに反映した補正加工を行うことにより、高い形状精度 (0.5 μ mPt 以下) と良好な表面粗さ (15nmRz 以下) を両立できる。

なお、本研究開発は経済産業省の委託を受け、平成17年度～18年度地域新生コンソーシアム研究開発事業「次世代高機能 SiC を用いた半導体製造装置・高精

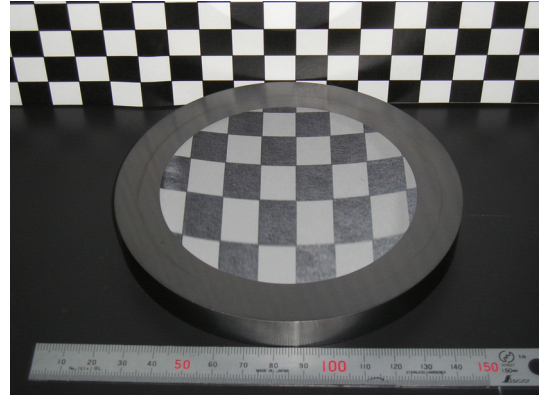


図20. #12000 メタルボンド砥石で加工したサンプルの外観

度部品の開発」(委託者: 東北経済産業局、委託先: ㈱インテリジェント・コスモス研究機構) で実施したものです。本研究開発の遂行において多大なるご支援をいただきました、日本ファインセラミックス㈱、東北セラミック㈱、㈱仙台ニコン、東北大学川崎研究室、横浜国立大学米屋研究室の関係諸氏に感謝の意を表します。

#### 参考文献

- 1) 須山章子, 亀山常治, 伊藤義康 : 東芝レビュー, 58-5(2003), p.46
- 2) 森由喜男 : 特許第 2977508 号
- 3) 和嶋直, 森由喜男 : 特許第 3678986 号
- 4) 森由喜男, 和嶋直, 久田哲弥, 渡邊洋一 : 特許第 3014963 号
- 5) 森由喜男, 和嶋直, 久田哲弥 : 特開 2003-260646
- 6) T. Kuriyagawa, K. Syoji and L. Zhou : NIST Special Publication, 847, 6(1993), p.325
- 7) T. Kuriyagawa, M. S. Sepasy and K. Syoji : Journal of Materials Proceeding Technology, 62(1996), p.387
- 8) M. S. Sepasy, T. Kuriyagawa, K. Syoji and T. Tachibana : International Journal of Japan Society Precision Engineering, 31, 4(1997), p.263
- 9) 佐伯優, 厨川常元, 庄司克雄 : 精密工学会 68, 8(2002), p.1067
- 10) 厨川常元, セパシ・ザマティ・モハマド・サイド, 鈴木浩文, 庄司克雄, 和嶋直, 千葉浩之 : 砥粒加工学会講演論文集(1997), p.149
- 11) 森由喜男, 久田哲弥, 和嶋直, 林正博, 渡邊洋一, 家口心, 齋藤佳史 : 平成 16 年度宮城県産業技術総合センター研究報告, 2(2004), p.15

## 県産食材を用いた高齢者向け食品の開発

有住和彦\*・三浦 悟\*\*・原田牧人\*・矢口 仁\*\*

\*食品バイオ技術部・\*\*水産加工研究所

県産食材を活用し、栄養機能性や適切な食品物性を付与した高齢者向け食品、特に咀嚼・嚥下困難者用食品を開発することを目的とし、大豆または魚肉を用いた高齢者向け食品を取り上げ、製造条件を様々に変化させた製品の圧縮硬さ測定や動的粘弾性評価により「柔らかな」製品が得られる製造方法の探索を行った。

キーワード：高齢者、大豆、魚肉、破断強度、凝集性、付着性、動的粘弾性、貯蔵弾性率、損失弾性率

### 1. 緒言

わが国では高齢化の進展に伴い、平成17年10月1日現在の全国の75歳以上の後期高齢者人口は1,160万人に達すると推計されている<sup>1)</sup>。

人は加齢に伴い咀嚼・嚥下機能が低下することが多く見受けられ、その結果食事摂取量が低下し、低栄養(Protein Energy Malnutrition, PEM)、低水分状態を引き起こすとともに、生体免疫機能低下によって寝たきり状態を招く原因の一つになると考えられている。また脳卒中の後遺症や認知症等でも咀嚼・嚥下機能障害がみられるようになることも多い<sup>2)</sup>。

近年、こうした咀嚼・嚥下困難者向けに栄養機能改善や様々な食材を用いてバリエーション豊かな食品を開発し提供することは、咀嚼・嚥下困難者の食生活のQOL(Quality Of Life)確保に重要な課題と位置づけられつつある。

そこで本研究では県産食材を活用し、栄養機能性や適切な食品物性を付与した高齢者向け食品、特に咀嚼・嚥下困難者用食品を開発することを目的とし、より具体的には高タンパク質食材である大豆または魚肉を用いた高齢者向け食品を取り上げ、製造条件を様々に変化させた製品の圧縮硬さ測定や飲み込み易さ評価法の一つとしての動的粘弾性評価により、厚生労働省特別用途食品高齢者用食品の硬さ基準である破断強度 $5 \times 10^4 \text{N/m}^2$ 以下かつ5段階嚥下食<sup>3)</sup>基準(図1)における嚥下食Iレベルを目指した「柔らかな」製品が得られる製造方法の探索を行った結果について報告する。

### 2. 実験方法

#### 2.1 大豆を用いた高齢者向け食品

##### 2.1.1 試料の調製

大豆原料は「まるごとや豆乳粉」(サトウフーズ(株)製)および「丸ごと大豆粉末」((有)サポーレ製)を用いた。またゲル化剤としてはキサンタンガム(イナゲル V10K、伊那食品工業(株)製)、ローカストビーンガム(イナゲル L85、同上)、 $\kappa$ -カラギナン(イナゲル V40、同上)を用いた。さらに油脂は市販のサラダ油(大豆油・なたね油混合)、糖質については市販の上白糖を用いた。

##### 2.1.2 試作方法

大豆を用いた高齢者向け食品は大豆を配合したゼリー状食品であると想定し、試作条件の設定については大豆配合ゼリー状食品の品質に関する特性要因図から重要と考えられる要因(大豆原料種類、大豆原料量、キサンタンガム量、ローカストビーンガム量、 $\kappa$ -カラギナン量、脂質量、糖質量)を抽出し、実験計画法を用いてL18直交表割付けによる製造実験を行った。さらに得られたゲルの品質分析結果(原料ミックス見かけ粘度、破断強度、凝集性、付着性、貯蔵弾性率、損失弾性率)と各要因の重回帰分析から各要因の影響度および最適と思われる製造条件割出しを行なった。

実際の試作方法については次のように行った。まずそれぞれの原料を計量後、予めゲル化剤(キサンタンガム、ローカストビーンガム、 $\kappa$ -カラギナン)と上白糖を粉末状態で混合した。次に500mLの水を家庭用ミキサーに入れ、攪拌しつつゲル化剤・上白糖混合粉末を添加・混合しゲル化剤・上白糖分散物を調製した。次いでここで得られたゲル化剤・上白糖分散物および所定量の大豆原料、所定量の油脂および水を真空ミキサー(ロボクーブ HN-40S、(株)エフ・エム・アイ製)に仕込み、カッター回転数1500rpm、約20kPa(0.2atm)の減圧下にて5分間攪拌・混合し、得られた原料ミックスをレトルト

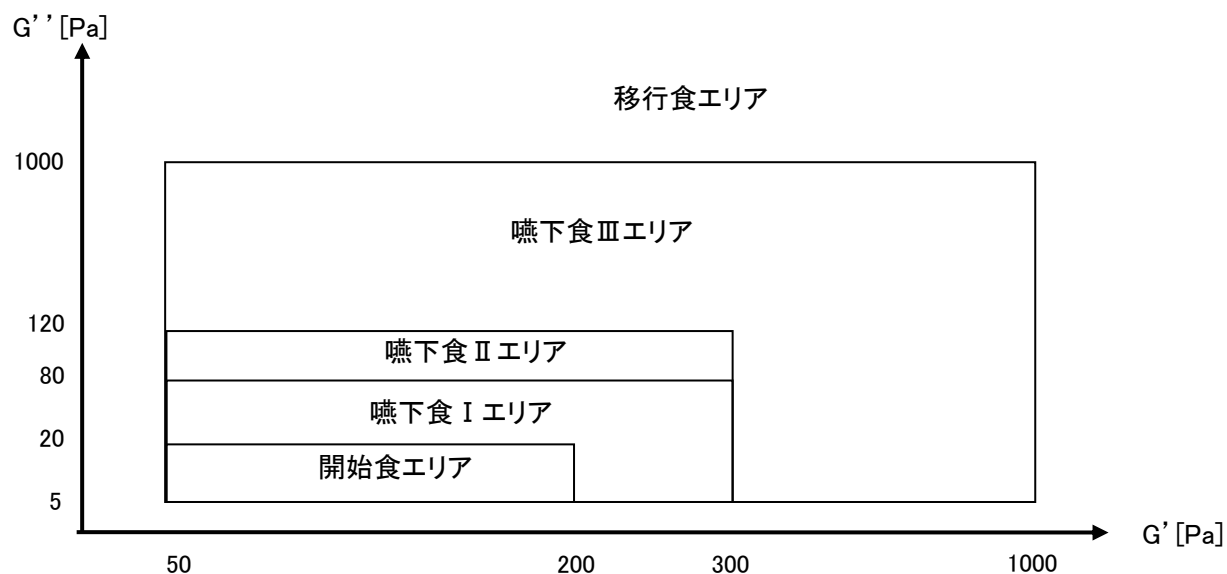


図1 5段階嚥下食<sup>3)</sup>基準

殺菌可能なプラスチックカップへ充填・ヒートシール後、熱水レトルト釜にて120℃、30分間レトルト殺菌して試作品を得た。

### 2.1.3 試作品品質評価

試作品の品質評価項目としては、①試作品の固さ、②試作品の動的粘弾性の2項目を取り上げた。

①試作品の固さ測定方法としては、厚生労働省健康増進法に定められた特別用途食品の高齢者用食品の試験方法に準じて行った。具体的にはクリープメーター(RE2-33005S型、(株)山電製)に直径3mmの円柱状プランジャーを取り付け、圧縮速度10mm/sec、クリアランス30%(圧縮距離を試料厚みの70%)として測定を行い、最大破断強度を測定した。なお、測定温度は20℃±2℃にて行った。

さらに得られた最大破断強度を高齢者用食品(咀嚼・嚥下困難者用食品タイプ4)の固さ基準値 $5 \times 10^4 \text{ N/m}^2$ と比較を行った。

②試作品の動的粘弾性の測定は以下のように行った。応力制御型回転レオメータ(RS600、HAAKE社製)に直径20mmのパラレルプレートセンサーを取り付け、厚さ約3mmにスライスしたサンプルを測定プレートとセンサーの間に設置し、測定ギャップ2mm、温度20℃、振動周波数1Hz、応力 $\tau$ を1Paから1000Paまで掃引しつつ測定を行い、歪率20%の時の貯蔵弾性率 $G'$ および損失弾性率 $G''$ を5段階嚥下食基準と比較した。

## 2.2 魚肉を用いた高齢者向け食品

### 2.2.1 試料の調製

魚肉原料はスケトウダラ冷凍すり身(FA級)を用いた。またゲル化剤としてはキサンタンガム、ローカストビーンガム、 $\kappa$ -カラギナン、油脂については大豆を利用した高齢者食品の試作で用いたものと同じものを用いた。さらに、タンパク質分解酵素としてはポリアーゼSM((株)ポリホス化学研究所製)、スミチームMP(新日本化学工業(株)製)、追加タンパク質原料としてALANATE180(日成共益(株))、糖質原料としてはパインデックス#2(松谷化学工業(株)製)、亜鉛補強剤としてグルコン酸亜鉛(富田製薬(株)製)、ビタミン補強剤として理研ドライA-S200PT(理研ビタミン(株)製)、理研ドライEミックスF-20(同)、DHA補強剤としてDHA粉末H(マルハ(株)製)を用いた。またその他の調味料として市販の食塩および上白糖を用いた。

### 2.2.2 試作方法

魚肉を用いた高齢者向け食品は魚肉を配合したゼリー状食品であると想定し、①魚肉練り製品の製造法に基づくゼリー状食品および②魚肉酵素分解とゲル剤併用によるゼリー状食品の試作について検討を行った。

①魚肉練り製品の製造法に基づくゼリー状食品の試作では、冷凍すり身2kgをサイレントカッターにて荒播りした後、すり身重量に対して2重量%の食塩を添加して塩播り・加水・坐り・加熱凝固を行って試作品を得た。

一方②魚肉酵素分解とゲル剤併用によるゼリー状食品の試作については、まず大きく2つの工程(魚肉酵素

分解ペースト製造、魚肉酵素分解ゲル製造)に分けて試作を実施した。

より具体的には魚肉酵素分解ペースト製造工程では魚肉酵素分解ペースト品質に関する特性要因図から重要と思われる要因(タンパク分解酵素種類、酵素添加量、全体仕込量、攪拌分解時間、酵素失活時間)を抽出し、L18 直交表割付けによる製造実験および得られたペーストの品質分析結果(ペースト見かけ粘度、苦味、ザラツキ)と各要因との重回帰分析から各要因の影響度および最適と思われる製造条件割り出しを行なった。

さらに魚肉酵素分解ゲル製造工程では魚肉酵素分解ゲル品質に関する特性要因図から重要と思われる要因(魚肉酵素分解ペースト粘度、魚肉酵素分解ペースト配合量、追加タンパク素材量、脂質量、糖質量、ミネラル量、ゲル化剤量)を抽出し、L18 直交表割付けによる製造実験および得られたゲルの品質分析結果(苦味、ザラツキ、破断強度、凝集性、付着性、貯蔵弾性率、損失弾性率)と各要因の重回帰分析から各パラメータの影響度および最適と思われる製造条件割り出しを行なった。

なお実際の試作方法については次のように行った。まず魚肉酵素分解ペースト製造工程では、所定量の冷凍すり身を真空ミキサー(ロボクーブ HN-40S)に仕込み、カッター回転数1500rpmにて約 5 分粗粉碎し、すり身温度が8~10℃に達したことを確認後、所定量のタンパク質分解酵素を添加し、カッター回転数 1500rpmにて 20 分間粉碎・攪拌しつつ酵素分解を行った。次いで酵素分解後の魚肉を耐熱ポリプロピレン袋に 500g ずつ充填し、ヒートシール後にスチームコンベクションオーブン中で90℃、30 分間酵素失活処理を行い、その後ウォーターチラー中で冷却を行い、魚肉酵素分解ペーストを得た。

次に魚肉酵素分解ゲル製造工程では、上記で得られた魚肉酵素分解ペーストおよびその他の副原料を計量後、予めゲル化剤(キサンタンガム、ローカストビーンガム、 $\kappa$ -カラギナン)を粉末状態で混合し 500mL の水を入れた家庭用ミキサーに添加、攪拌・混合しゲル化剤分散物を調製した。次いでここで得られたゲル化剤分散物および所定量の魚肉酵素分解ペースト、所定量の副原料、所定量の水を真空ミキサー(ロボクーブ HN-40S)に仕込み、約 20kPa (0.2atm)の減圧下にて 5 分間攪拌・混合し、得られた原料ミックスをレトルト殺菌可能なプラスチックカップへ充填・ヒートシール後、熱水レトルト釜にて 120℃、30 分間レトルト殺菌して試作品を得た。

### 2.2.3 試作品品質評価

試作品の品質評価項目としては、魚肉酵素分解ペーストについては苦味、ザラツキ、見かけ粘度、また魚肉酵素分解ゲルについては苦味、ザラツキ、破断強度、凝集性、付着性、貯蔵弾性率、損失弾性率を取り上げた。

なお、苦味およびザラツキについては 5 段階評価による官能検査を行い、破断強度についてはクリープメーター(RE2-33005S 型)に直径 3mm の円柱状プランジヤーを取り付け、圧縮速度 10mm/sec、クリアランス 30% (圧縮距離を試料厚みの 70%)として測定を行った。

また、凝集性および付着性についてはクリープメーターに直径 20mm の円板状プランジヤーを取り付け、圧縮速度 1mm/sec、クリアランス 50% (圧縮距離を試料厚みの 50%)として2バイト法によるテクスチャー測定を行った。

さらに貯蔵弾性率および損失弾性率については応力制御型回転レオメータ(RS600、HAAKE 社製)に直径 20mm のパラレルプレートセンサーを取り付け、厚さ約 3mm にスライスしたサンプルを測定プレートとセンサーの間に設置し、測定ギャップ 2mm、温度 20℃、振動周波数1Hz、応力 $\tau$ を 1Pa から 1000Pa まで掃引しつつ測定を行い、歪率 20%の時の貯蔵弾性率  $G'$ および損失弾性率  $G''$ を5段階嚙下食基準と比較した。

## 3. 実験結果及び考察

### 3.1 大豆を用いた高齢者向け食品の製造条件検討

大豆を用いた高齢者向け食品の製造において抽出された要因について、表1に示す水準を設定し、L18 直交表割付けによる製造実験を行い、得られたゲルの品質分析結果(原料ミックス見かけ粘度、破断強度、凝集性、付着性、貯蔵弾性率、損失弾性率)と各要因との重回帰分析から各要因が品質に及ぼす影響度を評価した。これにより得られた 18 通りの試料の破断強度を図2に示す(図の横軸は実験番号)。

こうして得られた各品質分析結果に関して重回帰分析を行ったところ、大豆利用高齢者向け食品の破断強度(すなわち軟らかさ)を支配する最も大きな要因は「大豆原料量」であり、次いで影響度の大きい順に「ローカストビーンガム量」「大豆原料種類」「脂質量」「 $\kappa$ -カラギナン量」「キサンタンガム量」「糖質量」であった。また、大豆原料配合量 210g/kg(タンパク質量 2.4g/70g カップ)の試料(試作品 8、9 および 16~18)では、製品破断強度は  $3 \times 10^4 \text{N/m}^2$  以上となり、厚生労働省高齢者用食品咀嚼・嚙下困難者用食品の硬さ基準(タイプ4、ゲル中に固形物)の基準値  $5 \times 10^4 \text{N/m}^2$  は下回ったもの



破断応力 [N/m<sup>2</sup>]

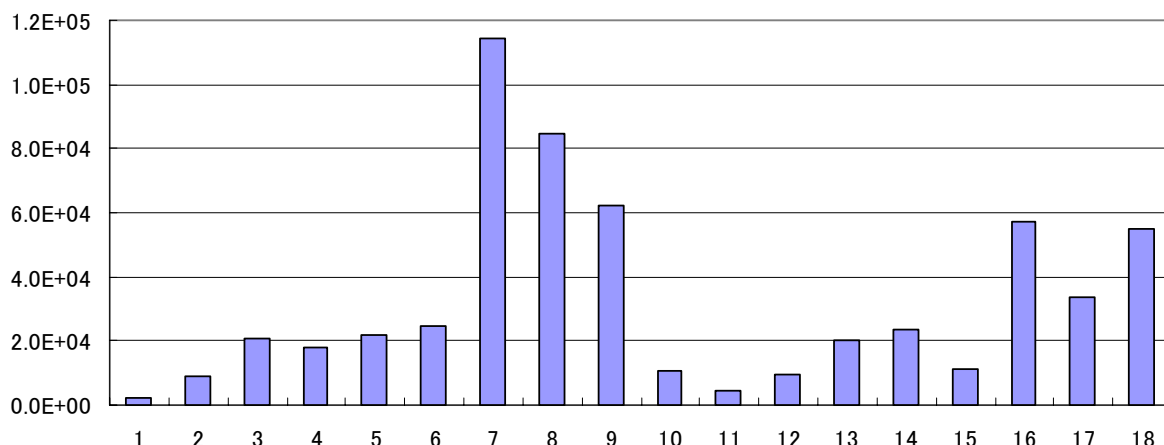


図2 大豆利用試作品の破断強度

の、最も軟らかなタイプ3(ゲル)の基準値  $1 \times 10^4 \text{N/m}^2$  以下を超える硬さとなった。

さらに得られた結果に基づき、キサンタンガム6g/kg、ローカストビーンガム2g/kg、 $\kappa$ -カラギナン2g/kg、脂質量30g/kg、糖質量25g/kgの配合条件をベースに、大豆原料量を0g/kg(タンパク質量0g/70gカップ)から180g/kg(タンパク質量2.0g/70gカップ)まで変化させた際に得られる試作品の動的粘弾性と5段階嚥下食基準との比較検討を行った(図3)。その結果、嚥下食Ⅲレベル以下の製品硬さにするための大豆原料配合量は130g/kg(タンパク質量1.5g/70gカップ)以下であることが明らかとなった。

### 3.2 魚肉を用いた高齢者向け食品の製造条件検討

#### 3.2.1 魚肉練り製品の製造法に基づく試作

魚肉練り製品の製造法に基づく試作においては、加水量(対冷凍すり身100重量%および200重量%)、坐り条件(2℃-22hr、20℃-3hr、40℃-1hr)、加熱条件(80℃-40分蒸し加熱、沸騰水中ボイル加熱)のそれぞれの条件について試作・評価を行い、加水200重量%で2℃-22hr坐り、80℃-40分蒸しの試料にて  $5 \times 10^4 \text{N/m}^2$  を下回る柔らかな試作品が得られた。しかしながら製造から時間が経つにつれて製品重量に対して5重量%ほどの離漿が発生することが観察された。

一般に嚥下困難者は水のように低粘度の液体も嚥下が困難となることが指摘されており、嚥下食としては離漿が多いことは好ましくない。魚肉練り製品における加熱凝固過程は、タンパク質変性による収縮とそれに伴う離漿を引き起こす。したがって、タンパク質の加熱凝固に拠らないゲル化法である魚肉酵素分解物とゲル剤の併用による方法が優位と判断し、以下の検討を行った。

表1 大豆利用試作品の因子水準表

因子	水準
大豆原料種類	1 「まるごとや豆乳粉末」
	2 「丸ごと大豆粉末」
大豆原料量	1 70g/1000g
	2 140g/1000g
	3 210g/1000g
キサンタンガム量	1 3g/1000g
	2 6g/1000g
	3 9g/1000g
ローカストビーンガム量	1 1g/1000g
	2 2g/1000g
	3 3g/1000g
$\kappa$ -カラギナン量	1 1g/1000g
	2 2g/1000g
	3 3g/1000g
脂質量	1 15g/1000g
	2 30g/1000g
	3 60g/1000g
糖質量	1 12.5g/1000g
	2 25g/1000g
	3 50g/1000g

#### 3.2.1 魚肉酵素分解とゲル剤併用による試作

魚肉酵素分解とゲル剤併用による試作においては、まず魚肉酵素分解ペースト製造に関して抽出された要因について、表2に示す水準を設定し、L18直交表割付による製造実験を実施した。さらに得られたペーストの品質分析結果(ペースト見かけ粘度、苦味、ザラツキ)と各要因との重回帰分析から各要因が品質に及ぼす影響度を評価した。

各品質分析結果に関して重回帰分析を行った結果、魚肉酵素分解ペースト製造におけるペースト見かけ粘度に対し最も影響度の大きな因子は「酵素失活時間」

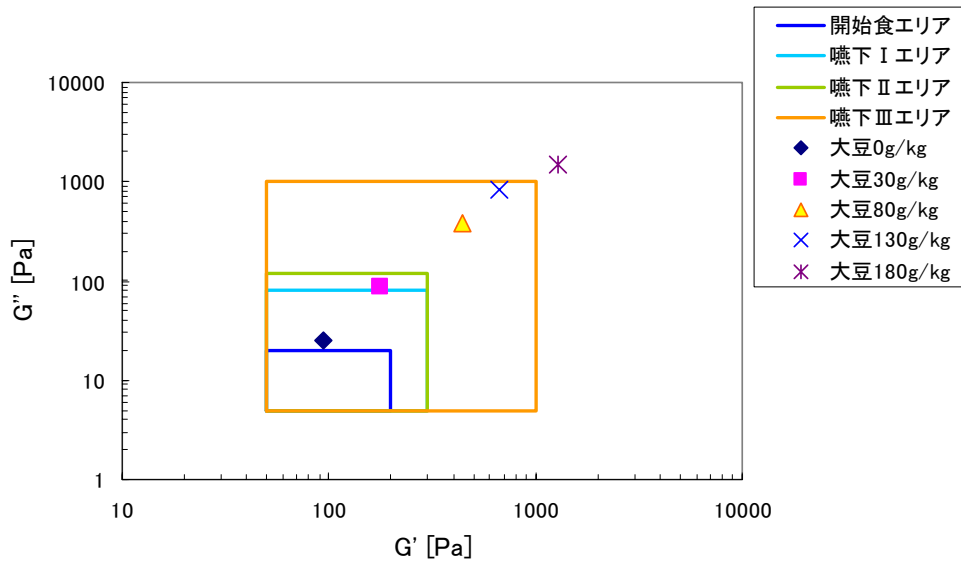


図3 大豆利用試作品の動的粘弾性

表2 魚肉酵素分解ペーストの因子水準表

因子	水準
タンパク質分解 酵素種類	1 スミチーム MP
	2 ポリアーゼ SM
酵素添加量	1 0.04%
	2 0.2%
	3 1.0%
全体仕込量	1 2kg
	2 3kg
	3 4kg
攪拌分解時間	1 5分
	2 10分
	3 20分
酵素失活時間	1 15分
	2 30分
	3 60分

であり、次いで「酵素添加量」「攪拌分解時間」の順で影響が大きかった。また「タンパク質分解酵素種類」「全体仕込量」の影響は比較的少ないが、ポリアーゼ SM の選択は粘度を増加させ、また全体仕込量の増加も粘度を増加させることが明らかとなった。

こうして得られた結果に基づき、冷凍すり身 3kg 仕込みに対しポリアーゼ SM を 0.2 重量% 添加し、ミキサー中で 20 分攪拌しつつ酵素反応を行ない、その後耐熱プラスチック袋に密封し、スチームコンベクションオーブン中 90℃、30 分間酵素失活操作を行なうことで、滑らかでかつ苦味の抑えられた魚肉酵素分解ペーストを安定して得られるようになった。

次に魚肉酵素分解ゲル製造工程ではゲル製造に関して抽出された要因について、表 3 に示す水準を設定

表3 魚肉酵素分解ゲルの因子水準表

因子	水準
魚肉酵素分解 ペースト粘度	1 低粘度
	2 高粘度
魚肉酵素分解 ペースト配合量	1 0g
	2 350g/1000g
	3 550g/1000g
追加タンパク素材量	1 0g
	2 28g/1000g
	3 56g/1000g
脂質量	1 0g
	2 30g/1000g
	3 45g/1000g
糖質量	1 0g
	2 100g/1000g
	3 200g/1000g
ミネラル量	1 0g
	2 0.55g/1000g
	3 1.1g/1000g
ゲル化剤量	1 2.6g/1000g
	2 5.2g/1000g
	3 7.8g/1000g

し、L18 直交表割付を行い製造実験を行った。さらに得られたゲルの品質分析結果(苦味、ザラツキ、破断強度、凝集性、付着性、貯蔵弾性率、損失弾性率)と各要因との重回帰分析から各要因が品質に及ぼす影響度を評価した。得られた 18 通りの試料の破断強度を図4に示す。

各品質分析結果に関して重回帰分析を行った結果、魚肉酵素分解ゲル試作品の破断強度(すなわち軟らかさ)を支配する最も大きな要因は順に「魚肉酵素分解ペ

破断応力[N/m<sup>2</sup>]

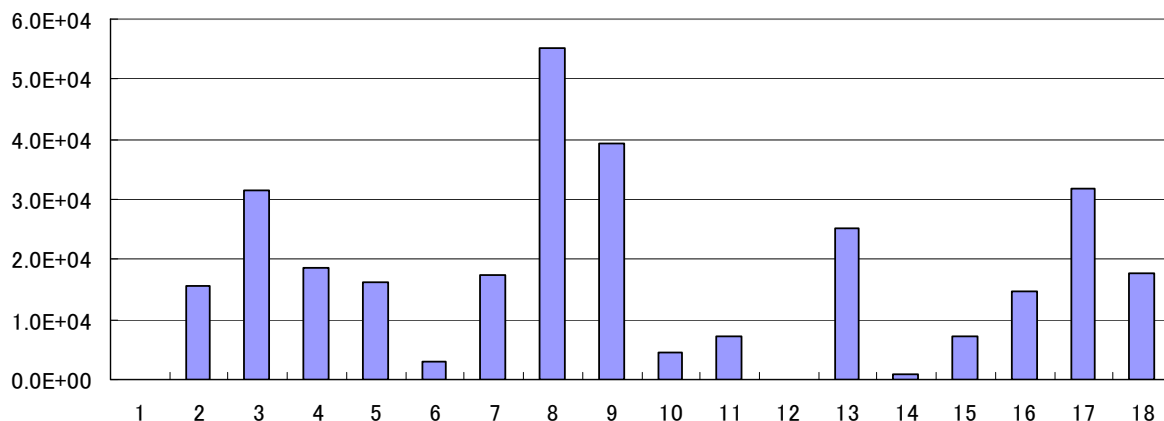


図4 魚肉試作品の破断強度

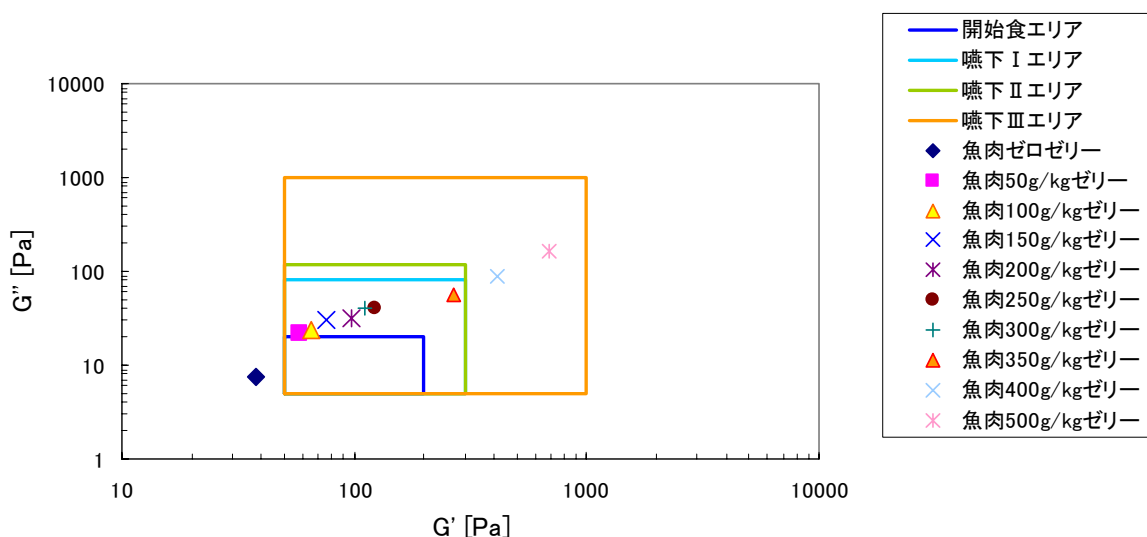


図5 魚肉利用試作品の動的粘弾性

ースト配合量」「ゲル化剤配合量」「ミネラル配合量」「糖質量」「脂質量」「追加タンパク質配合量」「魚肉酵素分解ペースト粘度」であることが明らかとなった。

さらに得られた知見に基づき、魚肉酵素分解ペースト配合量を 0g/kg (タンパク質量 0g/70g カップ) から 500g/kg (タンパク質量 6.1g/70g カップ) まで変化させ、得られた魚肉酵素分解ゲルと5段階嚥下食基準を比較検討した(図5)。その結果、ゲルの軟らかさとタンパク質量はトレードオフ関係があり、嚥下食Iレベルを達成するためには魚肉酵素分解ペースト配合量 300g/kg (タンパク質量 3.7g/70g カップ) が限界である一方、魚肉酵素分解ペースト配合量 400g/kg (タンパク質量 4.9g/70g カップ) 以上の配合では嚥下食IIIレベル以上の硬さになるため、例えば製品の訴求ポイントとして「タンパク質

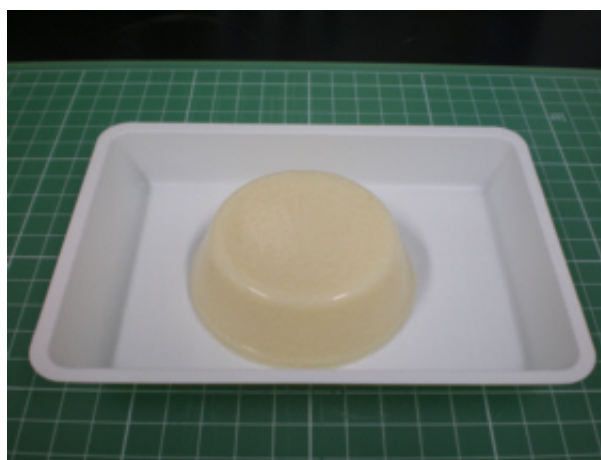


図6 大豆利用試作品の外観



図 7 魚肉利用試作品の外観

を含む」旨の強調表示(厚生労働省健康増進法第 31 条第 1 項)が可能なタンパク質量 5.5g/70g カップ以上の配合を想定した場合には嚥下食Ⅲのいわゆる「ソフト食」レベルの硬さになることを明らかにした。

#### 4. 結言

大豆を用いた高齢者向け食品(図 6)の硬さは大豆原料配合量に強く支配されるため、製品の軟らかさと大豆原料配合によるタンパク質量はトレードオフの関係があることが明らかとなった。

また魚肉を用いた高齢者向け食品(図 7)においては得られた知見とゲルの外観および試食結果とを併せ、製品の軟らかさが嚥下食Ⅰレベルで、かつ栄養強化素材に由来する魚油臭や金属味といった違和感のない魚肉酵素分解ペースト配合量は 200g/kg から 300g/kg であることを明らかにした。

#### 5. 謝辞

本研究の「魚肉を用いた高齢者向け食品の開発」は、農林水産省の「先端技術を活用した農林水産研究高度化事業」の助成を受けて行った。

さらに本研究における試作実験およびデータ解析においては、薮 太郎副主任研究員、水上浩一技師、千葉亮司技師、羽生幸弘技師、石川潤一技師、萱場智雄技師、伊藤利憲技師の多大なるご助力により実施できたものであり、ここに記して感謝するものである。

#### 参考文献

- 1) 平成 17 年国勢調査第 1 次基本集計結果, 総務省統計局
- 2) 金谷節子: FOOD Style 21, 7(2003), p.49
- 3) 金谷節子: 食感創造ハンドブック, (株)サイエンスフォーラム(2005), p.126

## 高周波電磁デバイスの開発

中居倫夫・阿部宏之・太田靖  
機械電子情報技術部

薄膜磁性体で作製した磁気インピーダンスセンサにおいて、磁化容易軸方向を制御することで、センサの高周波インピーダンスが所定の外部磁界強度で不連続的に変化する現象が発生する。本研究では、この不連続的インピーダンス変化を利用した小型高感度な磁気センサの開発を目的とし、駆動回路、磁界検出精度、温度ドリフト補償、再現性と歩留り等の検討を行った。提案するセンサは、小型低消費電力で温度ドリフトも小さく、携帯型ナビゲーション機器の磁気コンパス等、高感度な磁界検出への適用が可能である。

キーワード：磁気インピーダンス、磁性薄膜、一軸磁気異方性、傾斜磁区

### 1. 緒言

GMI センサ (Giant magnetoimpedance sensor) は、外部磁界の変化でインピーダンスが変化する現象に基づき磁界を検出するセンサ素子である。このセンサは、室温で動作する磁界センサとして非常に高い分解能を有し<sup>1)</sup>、生体磁気計測や非破壊検査などへの応用が期待されている。また、小型で低消費電力であることから、携帯電話に搭載される地磁気検出に基づいた方位センサや自動車の回転機構における回転速度検出等に応用されている。高周波キャリア型磁界センサにおける素子インピーダンス変化の原因は、素子を構成する磁性体の通電電流に対する透磁率が外部磁界で変化し、このことに起因して通電電流の表皮効果が増加することにある<sup>2)</sup>。センサ磁性体の透磁率変化は、磁気異方性に基づいた磁気モーメントの磁化回転および磁壁移動に起因するものであることも知られている。

外部磁界の変化で不連続的にインピーダンスが変わる薄膜 GMI センサに関しては、センサ素子である薄膜軟磁性体に付与する磁気異方性の容易軸を角度制御することで実現することを報告した<sup>3)</sup>。不連続的なインピーダンス変化は、センサ磁性体の磁区構造がストライプ磁区構造から単磁区構造に転位することに起因することも報告した<sup>4)</sup>。また、インピーダンス不連続現象が発生する磁界強度のばらつきは、10 mOe (0.8 A/m) 以下になることが実験的に確認され、外部磁界強度に比例して不連続点の発生磁界が移動することを利用して、インピーダンス不連続現象発生点の磁界を検出することで mOe オーダーの精度を有する磁界センサを構築できる可能性を示した<sup>5)</sup>。さらに、インピーダンス不連続点が発生する磁界強度の温度変化特性から、不連続現象発生点の磁界検出に基づいた磁界センサの簡易な温度補償方法も提案している<sup>6)</sup>。

本研究では、不連続的インピーダンス変化特性を有する薄膜 GMI センサの実用化を目標に、素子特性の再現性と歩留り検討、および、本現象を利用した磁気センサの精度を決定する不連続的インピーダンス変化が発生する発生点磁界の精度向上、さらに、本現象を用いた磁界検出特性の確認を行なった。

### 2. 再現性の評価

#### 2.1 目的

不連続的インピーダンス現象は、アモルファス状態の CoNbZr 薄膜に面内で角度制御した一軸磁気異方性を誘導することで実現できる。この現象の不連続点が発生する磁場強度は安定であり、これを用いて mG オーダーの精度で磁場測定できる磁場検出装置の構築方法として、特許出願している (特開 2006-058236)。本検討では、不連続インピーダンス特性を有する素子の再現性と歩留りを評価して、本現象を用いた磁気センサの有効性を明らかにすることを目的に取り組んだ。

#### 2.2 実験方法

不連続的インピーダンス特性の再現性評価方法として、26mm×26mm の基板上に同じ形状のセンサ素子を 6行9列 (合計54個) 配列したフォトマスクを作製し、これを用いて素子を試作し特性評価を行った。

センサ素子は、 $\text{Co}_{85}\text{Nb}_{12}\text{Zr}_3$  のターゲットを用い Ar 雰囲気中で RF スパッタすることで作製した。素子はリフトオフ法で成形し、素子形状は、長さ 2000 $\mu\text{m}$ 、幅 20 $\mu\text{m}$ 、膜厚 2 $\mu\text{m}$  とした。成形後に磁場中熱処理 (673 K、3000 Oe) で磁気異方性を誘導し、磁化容易軸は、素子短軸を基準として長手方向に 60° 傾斜して作製した。これら

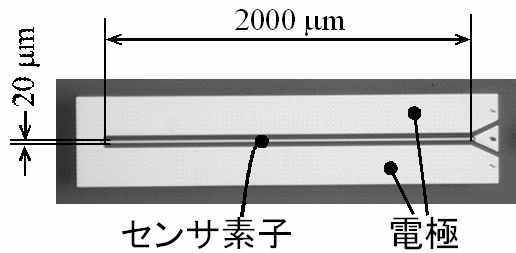


図 1. 再現性評価に用いた素子の外観写真

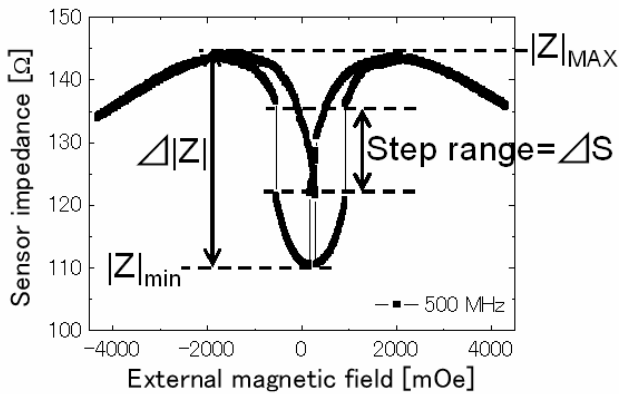


図 2. 素子の磁気インピーダンス特性と特徴量の定義

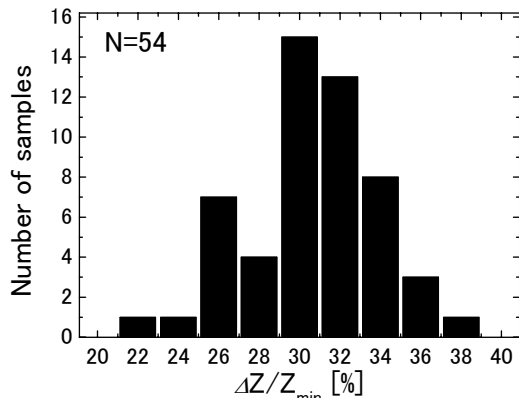


図 3. インピーダンス極小値 $|Z|_{\min}$ に対するインピーダンス変化幅 $\Delta|Z|$ の割合

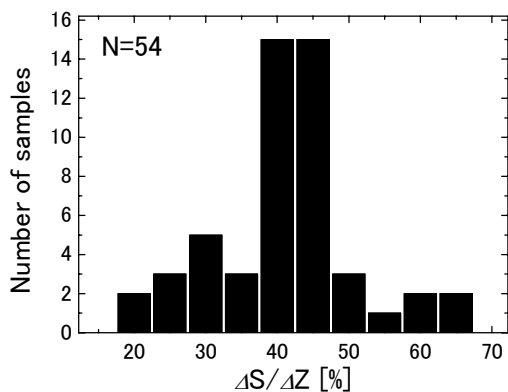


図 4. インピーダンス変化幅 $\Delta|Z|$ に対する不連続変化幅 $\Delta S$ の割合

の工程の最後に、電極となる Cu 薄膜を形成した。

素子インピーダンスと外部磁界の関係は、ネットワークアナライザを用い反射法 (S11) を用いて評価した。センサ素子とネットワークアナライザの接続には、高周波プローブを用いた。

### 2.3 実験結果

図 1 は、試作した素子の外観写真である。

図 2 は、試作素子の代表的な磁気インピーダンス変化特性とインピーダンス変化の特徴量を示す。ここでは、インピーダンス変化の特徴量を図のように定義する。すなわち、 $|Z|_{\max}$  は素子インピーダンス最大値、 $|Z|_{\min}$  はインピーダンス不連続点に挟まれた低インピーダンス部分におけるインピーダンス極小値、 $\Delta|Z|$  は  $|Z|_{\max} - |Z|_{\min}$  で定義される素子インピーダンス変化幅、 $\Delta S$  はインピーダンス不連続点におけるインピーダンス変化幅である。

試作の結果、1 基板上にある 54 素子において、1 素子に試作プロセスの不良による断線が生じ、残りの 53 個の素子で磁気インピーダンスの変化特性が得られた。以下の結果は、これら磁気インピーダンス特性を発現する素子について評価したものである。

図 3 は、素子インピーダンスの極小値  $|Z|_{\min}$  に対する素子のインピーダンス変化幅  $\Delta|Z|$  の割合 ( $\Delta|Z|/|Z|_{\min}$  (%)) をヒストグラムで表示した図である。度数は、30% 付近を平均値として分布している。

図 4 は、素子のインピーダンス変化幅  $\Delta|Z|$  に対する不連続変化幅  $\Delta S$  の割合 ( $\Delta S/\Delta|Z|$  (%)) をヒストグラムで表示した図である。度数は、40% 付近を平均値として分布している。

次に、歩留り評価の条件を便宜的に以下のように定義することとする。

(条件1) 不連続点が生じる磁界増加と減少時に対称的に発生すること

(条件2)  $\Delta|Z|/|Z|_{\min} > 20\%$

(条件3)  $\Delta S/\Delta|Z| > 30\%$

条件をすべて満たす素子の歩留りを評価したところ、81.5% となった。不良素子は、基板端部に集中していることから、マスクレイアウトの変更で、更に高い歩留り実現が可能と考えられる。ちなみに、基板の最端部に配置された素子を評価から除外して歩留りを計算すると、不良は 1 素子のみであるため、歩留りは 96% となる。

## 3. 不連続点発生磁界の高精度化

### 3.1 目的

不連続的インピーダンス素子においては、インピーダ

ンス不連続点を検出することで被測定磁界を測定する。この場合、インピーダンス不連続現象が発生する磁界強度のばらつきが、磁気センサとしての磁界検出精度に影響する。ここでは、この磁界検出精度の向上を目指し、不連続的インピーダンス特性における不連続点が発生する磁場強度の精度を向上させることを目的に取り組んだ。

以前の検討において、インピーダンス不連続点が発生する磁場強度の精度として、不連続現象を繰り返し発生させてその発生磁界を測定する検討を行ったところ、標準偏差として  $8 \pm 1$  mOe の精度が得られることを報告している<sup>5)</sup>。本報告の検討では、この値を上回る高精度な不連続点を有する素子の実現を目標として実施した。

### 3.2 実験方法

図 5 は、試作した素子の外観写真である。センサ素子である磁性薄膜の全長を 3 mm として、電極で挟まれた部分を 1 mm とし、電極の外側にそれぞれ 1 mm の端部磁性体を有する素子構造となっている。測定は、外部磁界を 0 mOe から 2160 mOe の範囲で 30 往復させて測定した。外部磁界の掃引速度は、不連続点近傍で 2.6 mOe/sec とした。素子インピーダンスと外部磁界の関係は、前節の再現性評価と同様に行なった。

### 3.3 実験結果

図 6 は、素子のインピーダンス不連続点を繰り返し測定した場合の素子インピーダンスと外部磁界の関係図である。図は、作図ソフトのデータ容量の制限のために、30 往復のうちの 16 往復のみを重ねて表示してある。結果として、図に示す不連続点は、磁界の標準偏差と

して、2.4 mOe の精度を有することを確認した。この値は、従来比で約 3 倍の精度向上を実現したことになる。また、図からわかるように、外部磁界増加時の不連続点と磁界減少時の不連続点では、精度が異なる。本測定においては、磁界減少時の不連続点精度は、10.3 mOe である。この磁界変化方向で不連続点精度が異なる現象のメカニズム解明と更なる高精度化を実現する手法の提案は、今後の課題である。

## 4. 不連続的素子を利用した磁気センサの方位測定

### 4.1 目的

本研究の目的である、小型高感度な磁気センサの用途の一つとして、地磁気を検出して方位を測定する磁気コンパスがある。本研究の最後の検討として、これまでの検討結果を使って、磁気方位測定を実証する。

### 4.2 実験方法

図 7 は、実験に使用したセンサ素子の磁気インピーダンス特性である。本素子は、インピーダンス不連続変化の幅が、最大で 20 Ω 程度と大きな変化幅を示す素子を使用した。この理由は、インピーダンスの不連続変化幅が大きいほど S/N 比が向上するからである。本素子の、不連続点精度は、6~7 mOe であった。

測定は、水平方向に一定の磁界を発生させてこの中にセンサ素子を配置し、素子を水平面内で回転させながら素子特性を測定することで行なった。測定は、素子に交流バイアスを印加して、インピーダンスの変化方向が同じになる不連続点が発生するバイアス磁界を測定し、交流バイアス磁界の増加時と減少時のこれら不連続点のバイアス磁界を相加平均する方法を用いた。この

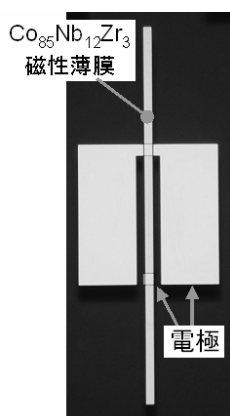


図 5. 試作素子の形状

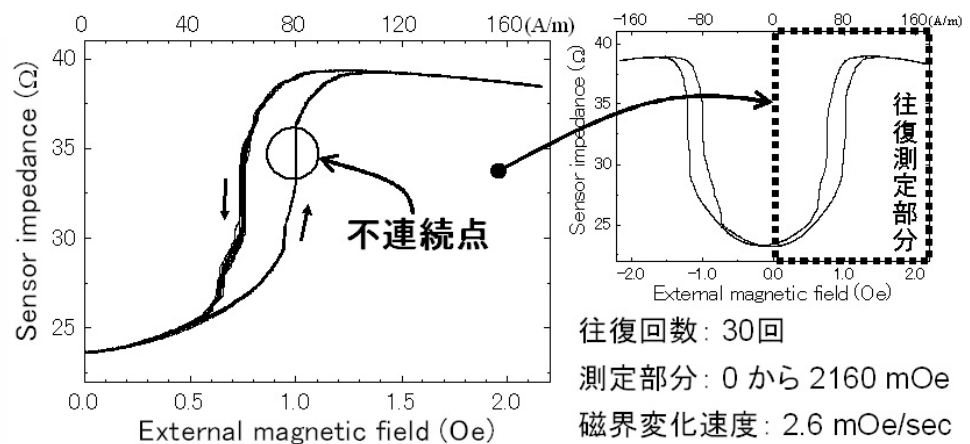


図 6. インピーダンス不連続点の繰り返し特性

方法は、特開 2006-058236 で公開している。測定では、方位角  $0^\circ$  方向に  $1000 \text{ mOe}$  の磁界を印加して測定を行なった。なお、地磁気は補正コイルで補正してある。実験風景を図 8 に示す。

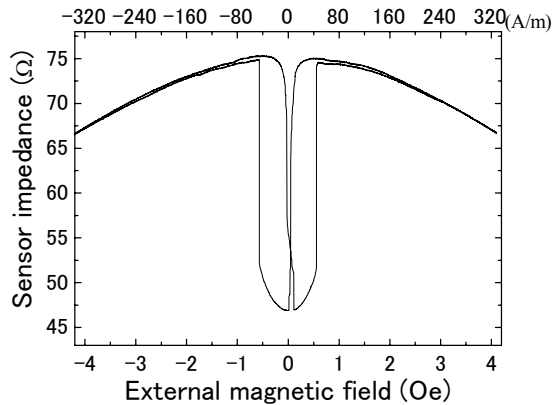


図 7. 磁気方位特性の測定に用いた素子特性

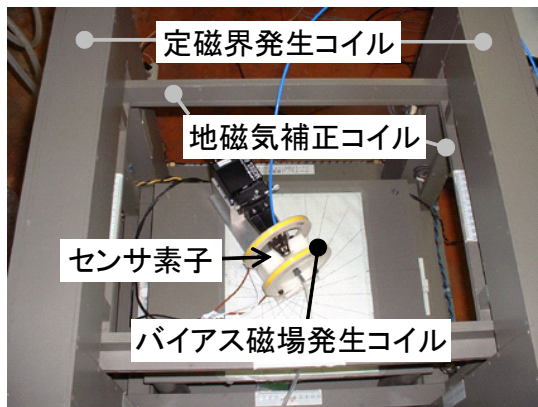


図 8. 磁気方位特性の測定装置

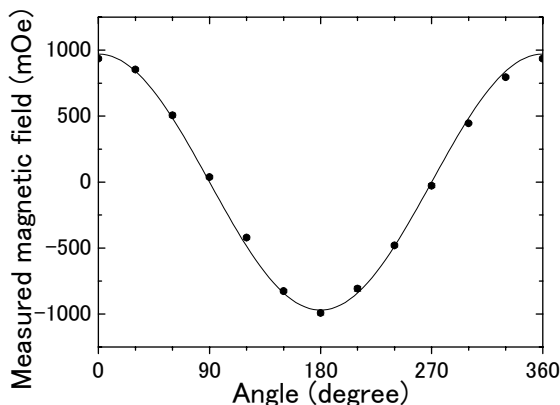


図 9. 磁気方位の測定結果

#### 4.3 実験結果

図 9 は、本測定で得られた結果である。測定結果は、

方位  $0^\circ$  で最大値、方位  $180^\circ$  で最小値となる余弦曲線に乗っており、不連続的インピーダンス特性を有した素子を用いて磁気コンパスが実現できることが実証できた。測定精度は、交流バイアスの周波数を増加させ磁界信号出力にローパスフィルタを設置することで平均化の効果により高精度化が計れる。10 倍の精度を実現するためには、交流バイアス  $1 \text{ kHz}$  で出力段のカットオフ周波数  $10 \text{ Hz}$  とすることでほぼ実現できることになる。交流バイアスをパルス的な波形に変更することでセンサの駆動電力を大幅に減少させることが可能であり、低消費電力化も容易に実現できるため、今後の応用展開が期待される。

#### 5. 結言

不連続的なインピーダンス変化特性を有する薄膜磁気インピーダンスセンサを小型高感度な磁気センサとして応用するための実用化検討を行った。特性発現の歩留り評価、不連続点発生の磁界精度向上の検討を行い、携帯ナビゲーション用磁気コンパスとして要求される測定精度である  $5 \text{ mOe}$  を実現できる性能を有することの実証を行なった。

結果として、実験室レベルで  $90\%$  を超える高い歩留りが実現できることを示し、不連続点精度も  $2.4 \text{ mOe}$  を実現した。また、本素子を用いた磁気方位測定でも問題なく方位検出ができることを実証した。

現在、東北大学を中心として国内 4 大学と共同で本現象の原理解明に取り組んでおり、解明の端緒についてところである<sup>8)</sup>。今後、原理解明に伴い現象を利用した新規な用途展開が広がる可能性もあり、今後の展開に期待したい。

#### 参考文献

- 1) H. Mawatari, H. Kikuchi, S. Yabukami, M. Yamaguchi, and K. I. Arai: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **27**, 414 (2003).
- 2) L. V. Panina, K. Mohri, K. Bushida, and M. Noda: *J. Appl. Phys.*, **76(10)**, 15, 6198(1994).
- 3) T. Nakai, H. Abe, S. Yabukami, and K. I. Arai: *J. of Magnetism and Magnetic Materials*, **290-291**, 1355(2005).
- 4) T. Nakai, H. Abe, and K. I. Arai: *The Physics of Metals and Metallography*, **101**, S41-S44(2006).
- 5) T. Nakai, H. Abe, and K. I. Arai: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **29**, 747(2005).
- 6) T. Nakai, H. Abe, and K. I. Arai: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **29**, 675(2005).
- 7) T. Nakai, H. Abe, M. Yamaguchi, S. Yabukami, H. Kikuchi, and K. I. Arai: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **27**, 419 (2003).
- 8) T. Nakai, K. Ishiyama, J. Yamasaki: *J. Appl. Phys.*, **101**, 09N106, (2007).



## 稲わらを活用した低コスト水田用マルチ資材の開発

佐藤 勲征\*・千葉 亮司\*・荒砥 孝二\*・吉田 修一\*\*

\*材料開発・分析技術部 \*\*古川農業試験場

無農薬栽培における雑草対策として紙製のマルチ資材が有効とされている。しかし、紙マルチはハンドリング性が悪く、資材代が高価であることから普及の足枷となっている。そこで、本研究では水稻栽培の副産物である稲わらと生分解性樹脂を活用し、ハンドリング性が良く、安価な水田用マルチ資材の開発を行った。その結果、生分解性樹脂に変性澱粉を配合することで必要物性を備えた材料の低コスト化が図られ、稲わら粉末の配合で吸水性を付与できることがわかった。開発したシートは紙マルチ同等の抑草効果が確認できた。

キーワード: 生分解性樹脂、稲わら粉末、変性澱粉、抑草効果、分解性

### 1. まえがき

最近では食の安全・安心の観点から無農薬・減農薬栽培された、すなわち有機米の購入者が年々増加傾向にある。一方、栽培農家ではその需要に応え、また他との差別化のために無農薬・減農薬栽培に取り組む農家や農業法人が増加している。

無農薬栽培を行う際の要点の1つとして、田植え後の雑草対策がある。この雑草対策として、紙製のマルチ資材の利用が有効とされる<sup>1)2)</sup>。

しかしながら、紙製マルチ資材は紙自体がすぐに吸水し湿潤強度が著しく低下するために、また資材自体が厚く、作業性が悪いという欠点がある。また、既存の農薬による除草に比べ、資材代が高価である。

そこで、本研究では水稻栽培の副産物である稲わらと生分解性樹脂を活用することで、既存の紙製マルチ同等の機能を持ち、ハンドリング性が良い安価な水田用マルチ資材の開発を行うことを目的とする。具体的には生分解性樹脂に稲わらを配合することで、水田用マルチ資材としての特性を満足し、かつ既存の紙マルチよりもハンドリング性が良い、すなわち薄くて伸びのあるシートの開発を行う。また、安価な生分解性材料を可能な限りたくさん配合することで低コスト化も検討する。

### 2. 実験方法

#### 1) 原料

使用した生分解性樹脂はポリブチレンサクシネート・アジペート共重合体 (PBSA)、ポリブチレンアジペート・テレフタレート共重合体 (PBAT) およびポリ乳酸 (PLA) の 3 種類である。生分解性樹脂に配合する安価な生分解性材料として変性澱粉 (Starch) を用いた。使用した生分解性樹脂の商品名を表1にまとめた。

また、使用した稲わらは 5cm 程度の長さにカットした後、藤原製作所製ウィレー型粉砕器 (図1 参照) に投入し、0.5mm のメッシュを通ったものを、分級した。粉砕物の分級結果を図2に示す。

表 1 使用生分解性樹脂

商品名	メーカー	グレード	組成
ビオノーレ	昭和高分子	#3001	PBSA
Ecoflex	BASF Japan	BX 7011	PBAT
Lactron	カネボウ	700DA	PLA



図 1 ウィレー型粉砕器

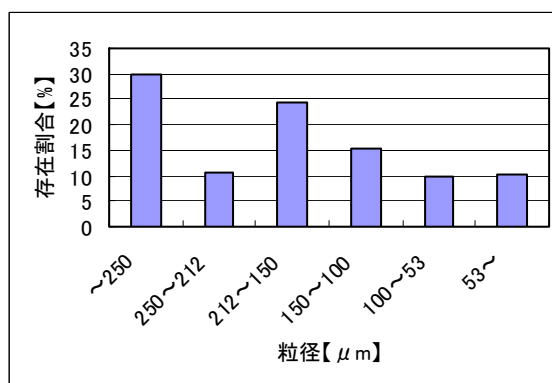


図2 稲わら粉末の分級結果

## 2)-1 シートの作製方法

PBS、PBAT、PLA をベースとし、それぞれに 25～75 重量%の Starch をドライブレンドし、HAAKE 製 PolyLAB システムの二軸押出機 (PTW25) で熔融混練し、Tダイで賦形し、一定温度に調節されたローラーで巻き取り、厚み 0.05mm 程度のシートを作製した。装置図を図3に示した。

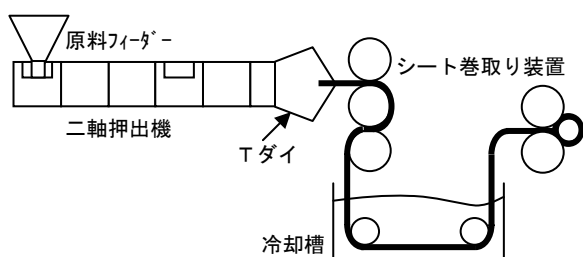


図3 シート成形方法

## 2)-2 稲わら粉末配合生分解性シートの作製方法

生分解性樹脂としてポリブチレンアジペート・テレフタレート共重合体 (PBAT) および PBAT に変性澱粉 (Starch) を 40 重量%配合したポリマーブレンドを用い、稲わら粉末は 0.212mm のふるいで分級したものをを用いた。稲わら粉末配合量は 5,10,20,30 重量%とし、稲わら粉末の配合はマスターバッチ法を採用した。マスターバッチの作製にあたっては、新たに開発した稲わら粉末安定供給装置を用い、PBAT 中に稲わら粉末を 40 重量%の濃度で均一に分散させた (図4 参照)。

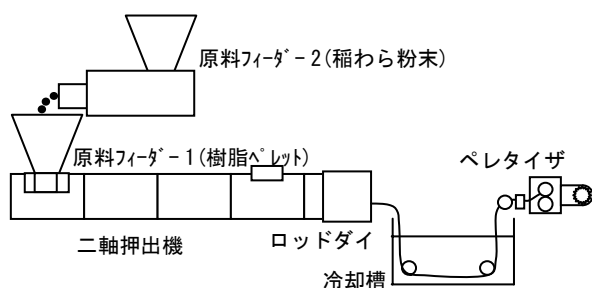


図4 マスターバッチ作製方法

## 3) 評価方法

前述の方法によりシート成形可能であったものを対象に、機械的特性及び水濡れ性を評価した。機械的特性は、作製したシートの巻取り方向から試験片を打ち抜き、東洋精機製作所製ストログラフ V10-B を用いて JIS Z1702 に準拠し試験を行い、引張強度と破断伸びで評価した。引張試験の条件は表2に示した通りである。

表2 引張試験条件

ロードセル	10kN or 500N
チャック間距離	80mm
試験速度	50mm/min

水濡れ性は、Starch の配合によって疎水的である生分解性樹脂表面の変化の指標として測定した。なお、水濡れ性は協和界面科学製接触角計 CA-X 型を用い水の接触角で評価した。

水田に敷設可能とするためにシート自体が吸水性を持つことが必要であることから、稲わら粉末配合生分解性シートについては吸水性の評価を行った。シートを水中に浸漬し時間変化による重量変化を測定し、次式により吸水率を求めた。

$$\text{吸水率}\% = (\text{経時重量} / \text{初期重量}) \times 100$$

また、作製したシート 12 種類 (シート材料組成は表3 参照) と紙マルチについて、古川農業試験場ほ場内に設置したコドラート内を試験資材で図5のように被覆し、一定期間経過後の抑草効果を調査した。各開発シート資材5反復、紙マルチ15反復、無処理区3反復で実施した。

表3 抑草試験に供したシートの材料組成

No.	材料1	wt%	材料2	wt%	添加剤1	wt%	添加剤2	wt%
1	PBAT	100	—	—	SL材 <sup>※1</sup>	0.1	AB材 <sup>※2</sup>	3
2	PBAT	100	—	—	SL材	0.1	AB材	3
3	PBAT	95	—	—	RSP <sup>※3</sup>	5	—	—
4	PBAT	95	—	—	RSP	5	—	—
5	PBAT	90	—	—	RSP	10	—	—
6	PBAT	90	—	—	RSP	10	—	—
7	PBAT	80	—	—	RSP	20	—	—
8	PBAT	60	Starch	40	—	—	—	—
9	PBAT	57	Starch	38	RSP	5	—	—
10	PBAT	95	—	—	CP <sup>※4</sup>	5	—	—
11	PBAT	80	Starch	20	—	—	—	—
12	PBAT	57	Starch	38	CP	5	—	—
Ref	紙	—	—	—	—	—	—	—

※1 SL 材: エルカ酸アミド、加工助剤として添加

※2 AB 材: タルク粉末、加工助剤として添加

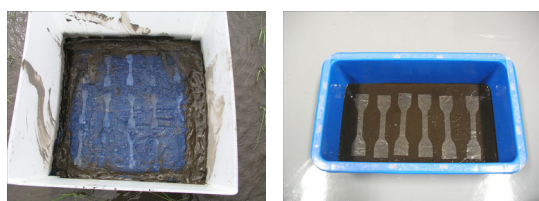
※3 RSP: 稲わら粉末 (0.211mm 分級品)

※4 CP: 竹炭粉末、遮光率向上材として添加



図5 抑草試験

抑草試験は抑草試験に供したシート材 12 種類と紙マルチに 2 種類 (PBSA、PLA シート) を追加した 15 種類について、古川農業試験場ほ場 (屋外) と産業技術総合センター内実験室 (屋内) において分解性試験を行った。ほ場での分解性試験は図6のように開発シート材を敷設して、分解性を評価した。室内での分解性試験は、ほ場の土壌を採取し、それをプラスチック製容器に入れ、その上に試験片を敷設した (図6参照)。なお、温度は 23°C 一定とし、土壌水分は初期の状態を維持するべく、容器を水蒸気透過性の低いフィルムで密閉した。なお、使用したフィルムは酸素の透過性はあるため、分解環境は嫌気性にはなっていない。分解性評価項目として、時間変化による外観、重量保持率、強度保持率を測定した。



(古川農業試験場ほ場) (室内)

図6 分解性試験

### 3. 実験結果および考察

#### 1) 生分解性樹脂/変性澱粉系シートの特性

PBSA、PBAT、PLA をベースとし、それぞれに 25~75 重量%の Starch を配合し、生分解性樹脂/変性澱粉系材料のシートを作製した。その結果、PBSA をベースとした場合は 37.5 重量%まで、PBAT をベースとした場合には 56.25 重量%まで、Starch を配合しても 0.05mm 厚さのシートを加工することができた。一方、PLA をベースとした場合は Starch を 25 重量%配合した時点で分離流れが生じ、0.05mm 厚さのシートを加工することが出来なかった。この結果より、ベース樹脂の種類によって、Starch の配合可能な量が変わることと、PBAT をベース樹脂とした場合が Starch を最大量配合できることがわかった。

次に 0.05mm の厚みでシート加工できたものを対象に、機械的特性及び接触角を評価した。その結果を表4に示した。表4より、ベース樹脂に Starch を配合すると、引張強度、破断伸びともに低下し、接触角も低下傾向を示し、水に濡れやすくなっていることがわかる。機械的特性について、Starch 配合系は既存の再生紙黒マルチと比較して引張強度は低い伸びは著しく高く、ハンドリング性が向上していると考えられる。機械的特性において、Starch の配合により著しく低下している理由は、ベース樹脂と Starch の相溶性が低いためと考察され、機械的特性とくに引張特性の向上には、相溶化剤の添加が必要とされる。また、Starch の配合により接触角が低下している理由は、Starch の可塑剤であるグリセリンによるものと考察される。

#### 2) 稲わら粉末配合生分解性シートの特性

PBAT をベースとし、稲わら粉末を 5,10,20,30 重量%配合したもの、ならびに PBAT に Starch を添加したポリマーブレンドをベースとして、稲わら粉末を 5 重量%配合したシートを作製した結果、稲わら粉末を 20 重量%配合してもシート成形は可能であった。シート成形ができたものの引張強度と破断伸びを表5に示した。表5より、稲わら粉末を配合すると、シート自体の厚みが増し引張強度も破断伸びも著しく低下したが、いずれのシートも再生紙黒マルチに比べ伸びがあり、ハンドリング性が良好であると考えられる。

次に PBAT シート、PBAT に稲わら粉末を 10,40 重量%配合したシート及び紙マルチの吸水率の時間変化を図7として示した。図7より、PBAT シートはほとんど吸水性を持たないが、PBAT に稲わら粉末を配合することで吸水性を付与できることがわかった。しかし、紙マルチと比較すると初期の吸水速度が遅く、最終的な吸水量も低かった。初期の吸水速度が遅いのは、稲わら粉末配合生分解シートの表面に薄い樹脂の層が存在するためであり、この層をプラズマ処理や溶剤エッチング等の手法で除去しない限り初期吸水速度を速めるのは困難と考えられる。

表4 生分解性樹脂/変性澱粉系シートの特性

ベース樹脂		Starch 配合割合	機械的特性		接触角
種類	配合割合		引張強度【MPa】	破断伸び【%】	
PBSA	100	0	54.0	593	86.9
PBSA	75	25	13.4	162	61.7
PBSA	62.5	37.5	18.9	180	56.9
PBAT	100	0	36.9	669	93.6
PBAT	50	50	9.6	222	65.8
PBAT	43.75	56.25	9.1	170	59.1
PLA	100	0	62.4	6	75.6
—	—	100	11.8	24	65.7
再生紙黒マルチ		—	33.5	2	—

表5 稲わら粉末配合生分解性シートの特性

ベース樹脂	稲わら配合量【重量%】	引張強度【MPa】	破断伸び【%】
PBAT	0	24.8	733
PBAT	5	8.3	468
PBAT/Starch	5	3.3	62
PBAT	10	4.2	200
PBAT	20	5.6	132

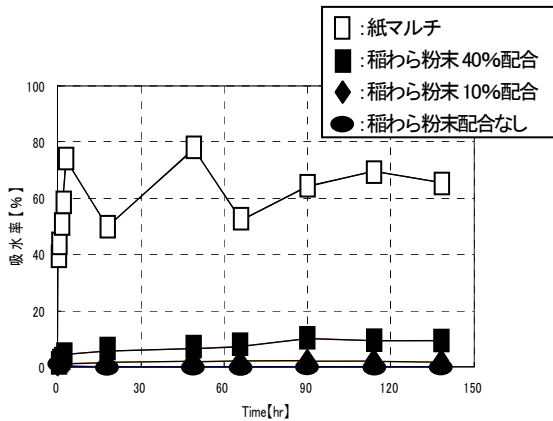


図7 稲わら粉末配合生分解性シートの吸水率

### 3) 開発シートの抑草効果

開発シートの抑草試験を行った結果を図8に示した(単位面積当たりの発生雑草の乾物重を示す)。雑草試験に供したいくつかの種類のシート材については紙マルチ同等の効果が得られた。ただし、開発シートと水田面の土壌とが密着している部分については、高い抑草効果が認められたが、密着していない部分の抑草効果は著しく劣った。この原因として開発シートは紙マルチと比較して初期の吸水速度が遅く、絶対吸水量も少ないことが考えられる。また、水田土壌から発生するメタン等のガスの透過性も低いことも密着不良の要因と考えられる。

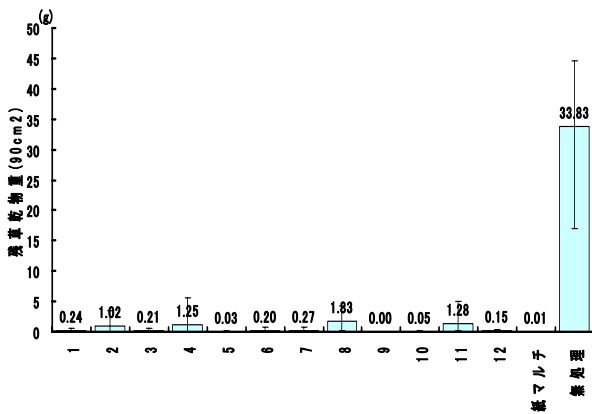


図8 開発シートの抑草試験結果

### 4) 開発シートの分解性

今回の分解性試験では、水田での分解に影響を及ぼす材

料組成を確認することを第一目的とし、屋外と屋内での分解性の違いを第二目的として調べた。その結果、次の知見を得た。

- 樹脂の種類による分解性は PBSA が最も速く分解し3週経過した時点で破断伸び保持率が 10%をきっており既に試験片が回収困難な状況にあった。次いで PBAT、PLA とも非常に分解が緩慢で、最終サンプリングの15週を経過しても全く問題なく回収が可能であった。(図9)

- 非常に分解が緩慢だった PBAT に稲わら粉末や Starch を配合することで分解を促進することができた。また、Starch の配合は稲わら粉末配合より、PBAT の初期の分解性を速めることに有効であった。(図10、11)

- 今回の屋外と屋内の試験では、屋内試験の方が分解性が若干速いことがわかった。これは、屋内試験には水を張らなかったため、屋外よりも好気的な条件であったためと考えられる。ただし、分解性の傾向は同様であるため、屋内の試験で水田での分解に影響を及ぼす材料組成を確認することは可能である。

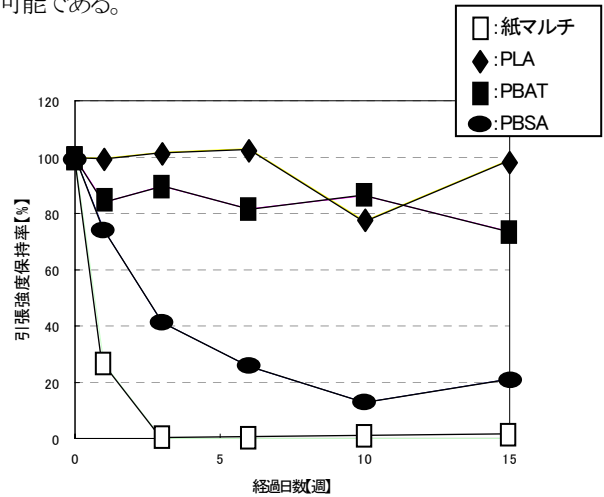


図9 樹脂の種類による分解性 (屋外試験結果)

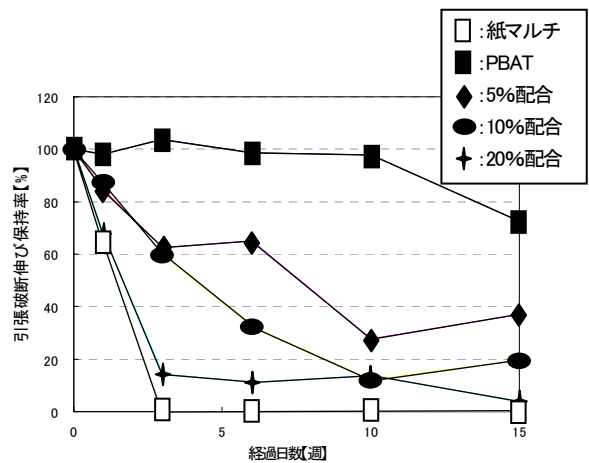


図10 稲わら粉末配合による分解性 (屋外試験結果)

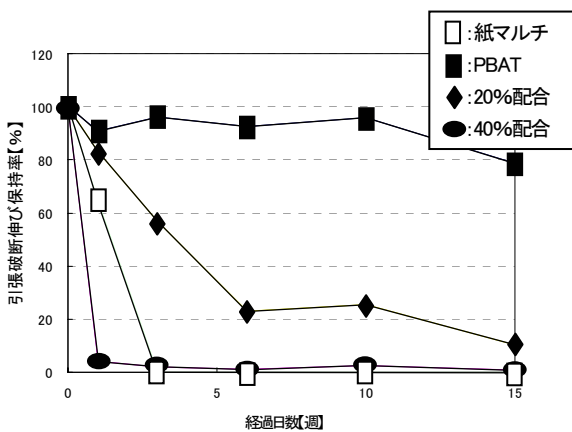


図1.1 Starch 配合による分解性 (屋外試験結果)

#### 4. あとがき

稲わらと生分解性樹脂を活用することで、既存の紙製マルチ同等の機能を持ち、ハンドリング性が良い安価な水田用マルチ資材の開発を行った結果、以下のようなことが明らかとなった。

- 1) ベース樹脂の種類によって変性澱粉の配合可能な量が変わり、PBAT をベース樹脂とした場合に、最も配合することが可能であった。また、変性澱粉に含まれる可塑剤の影響により生分解性樹脂シート表面の水濡れ性が向上することがわかった。
- 2) 生分解性樹脂に稲わら粉末を配合すると、シート自体の厚みが増し引張強度も破断伸びも著しく低下したが、紙製マルチと比べ薄く伸びもある。すなわちハンドリング

性が良い。

- 3) 生分解性樹脂シートはほとんど吸水性を持たないが、稲わら粉末を配合することで吸水性を付与できることがわかった。しかし、紙マルチと比較すると初期の吸水速度が遅く、最終的な吸水量も低かった。
- 4) 開発シート材は紙マルチ同等の抑草効果が確認できた。ただし、シート材の浮きなどの問題が発生し、その解決が必要とされる。水田での分解性調節の材料組成の目安ができた。

今後の予定としては、これまで得られた知見をもとに、機械的特性、吸水性、分解性、コストなどを勘案し、材料組成の最適化を行い、実際の水田に敷設可能なサイズの試作及び特性評価を行う予定である。

#### 謝辞

本研究を遂行する上で、当所の実用化研究室利用企業である株式会社トラスト 針谷憲彦氏に多大なる協力をいただいた。ここに謝意を表す。

#### 参考文献

- 1) 石橋, 金井, 小山: トコトンやさしい生分解性プラスチックの本, 58~59(2004)
- 2) 宮城県古川農業試験場研究資料第2号, 4~7(2004)

---

平成 18 年度

宮城県産業技術総合センター研究報告 No.4(2006)

平成 19 年 7 月発行

発行所

宮城県産業技術総合センター

〒981-3206

宮城県仙台市泉区明通 2 丁目 2 番地

TEL 022-(377)-8700

FAX 022-(377)-8712

---