

大分県産業科学技術センターニュース

Oita Industrial Research Institute <http://www.oita-ri.go.jp/>

- 成果紹介 ----- 1-4
 - 九州・山口産魚醤油の高品質化をめざして(その 2)
 - スーパー Springs プロブの開発
- 事業報告 ----- 5
 - 平成 21 年度 合同研究成果発表会の開催
 - 技術研修(X 線光電子分光分析装置)の開催
 - エンドミル切削加工に関する技術講習会の開催
- ニュース ----- 6
 - おおいたものづくり王国総合展の出展
- 導入機器紹介 ----- 6-8
 - 非接触 3 次元デジタイジングシステム
 - 高速液体クロマトグラフ質量分析装置
 - X 線光電子分光分析装置
 - 微細形状観察評価装置(レーザー顕微鏡)
 - 電子顕微鏡用試料作製装置(イオンビームミリング装置)
 - 金属組織検査用試料作製装置
 - 水銀測定装置
- 事業紹介 ----- 8
 - 平成 22 年度共同研究/委託研究のご案内

成果紹介

九州・山口産魚醤油の高品質化をめざして(その 2)

魚醤油中のミネラル成分、重金属について

1. はじめに

魚醤油中のミネラル成分の測定は、人体への必要元素の供給や、原料履歴の把握上、必要な項目と考えられます。また食品の安全性の担保から、ヒ素、カドミウム、鉛、水銀の測定も重要な項目として指摘されています。

当センターでは、(独)食品総合研究所等が実施するプロフイシエンシテストに毎年参加することで、食品中のミネラル成分、重金属の測定について、分析の妥当性の確認や分析精度の向上を図っています。

このような背景から、九州公設試連携共同調査として、魚醤油の特性の把握と製造技術に関わる調査研究を、九州、山口の6県で実施し、当センターではミネラル成分、重金属の分析をしましたので、その概要を報告します。

2. 前処理・測定方法

魚醤油の分析においては、化学干渉、物理干渉の影響を考慮し、表1に示す前処理法および測定方法を採用しました。以下、分析元素名は表1に示す表記とします。

表1 分析元素の測定手法

元素名	前処理	測定方法(機種名)	測定波長(nm)
ナトリウム (Na)	乾式灰化	炎光分光分析	589
カリウム (K)		(原子吸光分析装置)	766
マグネシウム (Mg)	乾式灰化	発光分光分析	279
カルシウム (Ca)		(ICP 発光分光分析装置)	393
りん (P)		220	
亜鉛 (Zn)		213	
鉄 (Fe)	湿式分解-DDTC 抽出 (硝酸・過塩素酸)	発光分光分析	259
銅 (Cu)		224	
カドミウム (Cd)		226	
マンガン (Mn)		(ICP 発光分光分析装置)	257
鉛 (Pb)		220	
ヒ素 (As)	湿式分解-DDTC 抽出 (硝酸・過塩素酸)	水素化物発生-発光分光分析 (ICP 発光分光分析装置)	193
水銀 (Hg)	蒸留水 20 倍希釈液	金アマルガム吸着フレイムレス法 (水銀分析装置)	253

3. 結果とまとめ

分析結果に基づき、Mg、Ca、P の含有量を比較した結果、国外産は使用した塩の成分に由来すると考えられる Mg が多く含まれているパターンが確認できました(図 1~3)。Ca や P もその他の原料に由来して高含有のものが確認できました。また、Mg、P は、アンモニアと結合して、ストラバイトという沈殿物を作る場合があります。

K が多く含まれる試料もありましたが、これらのものは穀類由来(麴など)の原料が使用されているものでした。

Na は、2.9~9.0%の範囲で、食塩濃度に換算すると 7.3~22.8%となります。魚醤油の製造工程において塩は水分活性を低下させ、微生物による製品の劣化を抑制します。また呈味成分として不可欠です。低塩分の製品は、微生物による劣化が懸念されるため、添加タイミングや量など、製造上の注意が必要です。したがって、表 2 の食塩濃度に対する水分活性

値により、最低でも約 10%以上の塩分(Aw0.94 以下)が必要となります。一方、過剰な塩分は、食塩の沈殿により、商品価値を低下させる要因となる事があります。

Cu は、ヘモシアニン系色素を含む原料(イカ)を使用したものが他の原料に比べ高い傾向が認められました。Pb については全ての試料で検出されませんでした。As、Cd、Hg についても原料からの移行が推定される試料で、微量検出されるものもありましたが、特に問題となる量ではありませんでした。

以上、ミネラル成分、重金属の含有量の把握は、原料の選別や製品の品質向上、商品設計において重要であると言えます。

なおこれらの成果は、2月24日に鹿児島市で開催されました「魚醤油セミナー」で発表しました。また、結果の概要は報告書を作成していますので、ご活用ください。

(食品産業担当 水江 智子 mizuesa@oita-ri.go.jp)

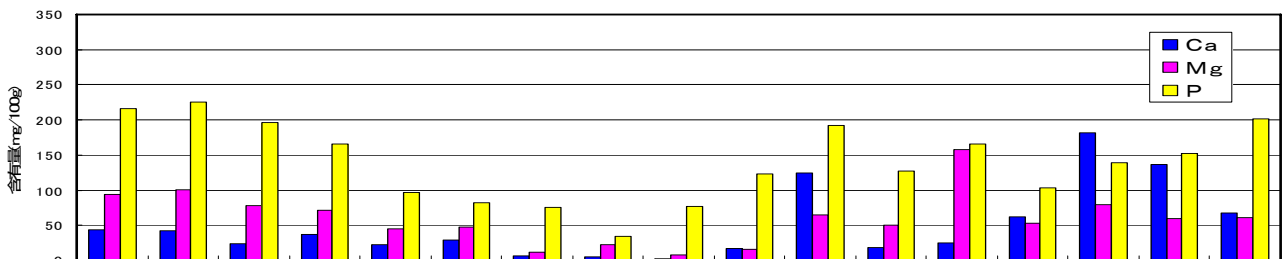


図 1 九州・山口産ミネラル組成(Ca・Mg・P)

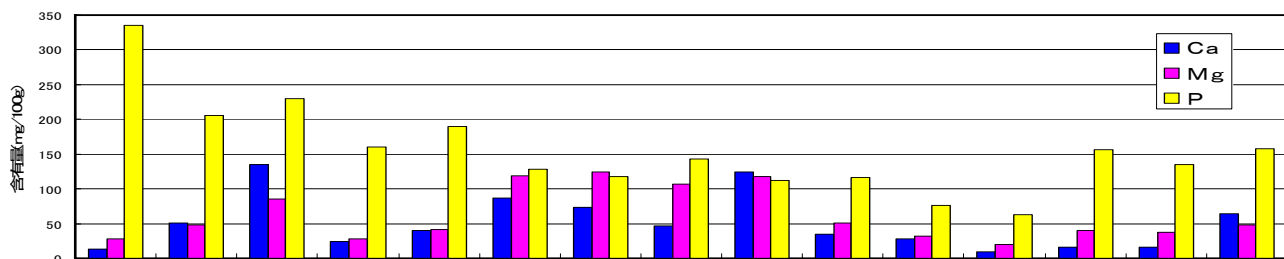


図 2 国内産ミネラル組成(Ca・Mg・P)

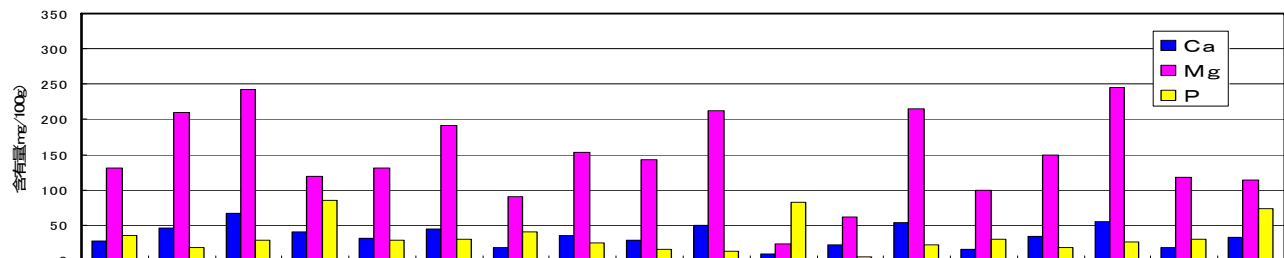


図 3 国外産ミネラル組成(Ca・Mg・P)

表2 食塩濃度と水分活性

食塩濃度(%)	0	9.4	11.9	14.2	19.1	26.5
水分活性 Aw	1.00	0.94	0.92	0.90	0.85	0.70

スーパースプリングプローブの開発

1. はじめに

半導体は高集積化・小型化が進み、電極パッドが狭ピッチ化、多数化し、それに伴い導通検査に用いるコンタクトプローブは細径化が進んでいます。この細径化によって、スプリングプローブ(以下 SP)が流せる電流値に余裕がなくなり、特に、アナログデバイスのウェハーテストでは動作条件により一部の回路に電流が集中、SP が破損するトラブルが発生しています。1A 程度の電流が流れると SP 壊れることが経験的に分かっています。そこで、1A 程度の電流が流れても SP が破壊されることのない新構造のプローブカードを考案し、試作・評価によりその有効性を確認しました。

2. 新構造のプローブカード

新構造のプローブカードの構造を図 1 に示します。

電流の経路としては、ピンからフライングリードを経て外部回路パターンに流れます。フライングリードは、片持ちながら下部よりバネにて支持され、100 μ m のストロークをもちます。

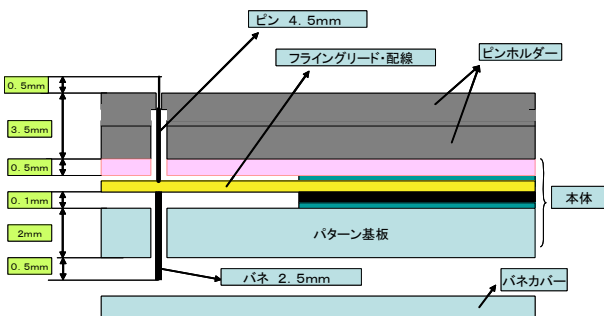


図 1 新規プローブカードの構造

ピン、バネ、フライングリード以外は、絶縁物にて構成されています。本構造により、ピンからフライングリードを介して電流経路が確保され、従来の SP 内のバネに電流経路が発生し、本来の SP のもつ機能を破壊することはありません。試作品の外観を図 2 に示します。

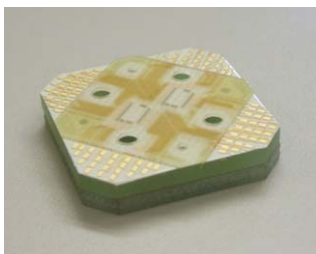


図 2 新構造のプローブカード

3. 特性評価試験と耐久試験

下記の特性評価試験と耐久試験を実施しました。

①初期バネ定数測定

ピンにかかる針圧とピンのストローク量を計測し、リニア特性を検証しました。

②連続通電試験:0.2A-0.4A-0.6A-0.8A-1.0A /5 分間
一定の針圧を負荷した状態で、0.2A から 1.0A までの各電流値を 5 分間連続して流して、抵抗、針圧を計測し、電流による熱的破壊状況を検証しました。

③連続通電試験後バネ定数測定
連続通電試験後のバネ定数の変化を検証しました。

④耐久試験(電流、針圧、抵抗モニタ)15000 回:
0.2A-0.4A-0.6A-0.8A-1.0A の各電流値

ピエゾアクチュエータを上下運動(下方時には、ピンに適正針圧がかかるように設定)させピンと接触している間に各設定電流を 0.5 秒間流しました。この動作(タッピング)を 15000 回繰り返し、抵抗、針圧を計測することで、耐久性を検証しました。

⑤各耐久試験後のバネ定数測定

各電流値に対する耐久試験後のバネ定数の変化を検証しました。

図 3 に初期バネ定数を示します。4g 程度が針圧の適性値と考えられます。

連続通電試験では、電流値が上昇するにつれて針圧も上昇する傾向が見られましたが、抵抗値は、1 Ω 以下の一定値を示していました。本試験を通して、1.0A までの通電においては、特に機能上問題はないと考えられます。

図 4、5 に耐久試験結果を示しています。15000 回のタッピングによる試験となりますが、抵抗変化は、通電電流が低い場合に若干抵抗が上がる傾向がありますが、2 Ω 以下であり、機能上問題はありません。また、針圧変化においても、同様に急激な上昇、低下はなくほぼ一定値で推移しています。この間、ピン、フライングリード、バネに対するダメージもなく正常に機能しています。

図 3 では、全試験を実施した後のバネ定数を示します。変化は見られず初期バネ定数を維持しています。

他に3本のピンについて試験を行いましたが高同様な結果となり、当初の目標を満足する結果となりました。

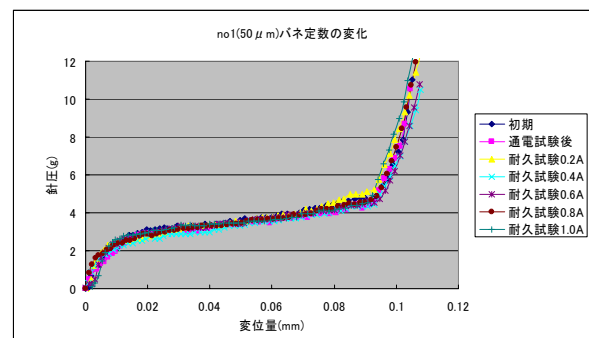


図 3 バネ定数

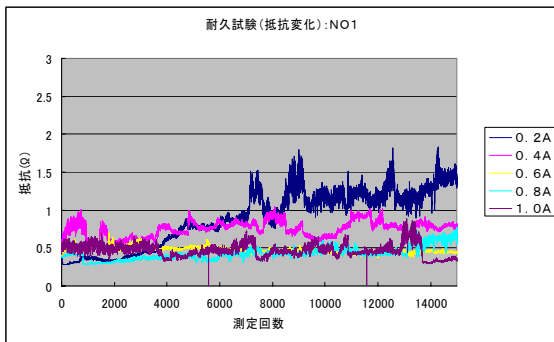


図 4 耐久試験(抵抗変化)

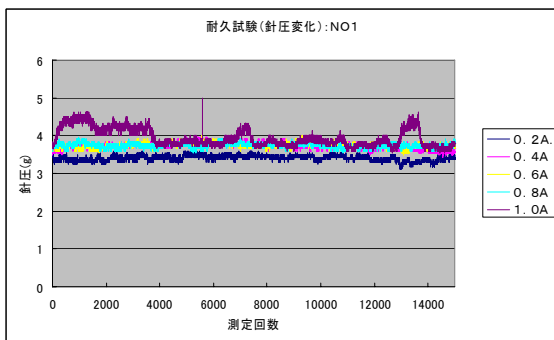


図 5 耐久試験(針圧変化)

4. 最終試作

前回の試作において課題と考えられていたフライングリードを支持するバネ構造については、現状では、すべてのピンを挿入するには、技術的に困難との判断により、バネに変えて弾力性のある樹脂によるバネシートにてフライングリードを支持する構造に変更することとしました。

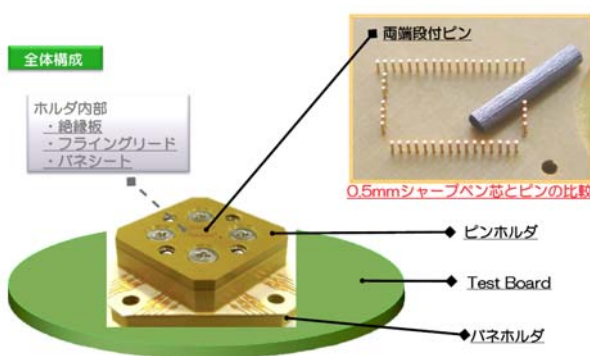


図 6 最終試作外観

図 6 に最終試作外観を示します。ピンは 2 段ピンを使用しており、BeCu 製 5mm 長、先端径 0.08mm です。フライングリードとバネシートは、接触しており、ピンにかかる針圧に対してフライングリードは最大 100 μ m のストロークをもっています。

図 7 にテストボードに装着した最終試作品を示します。

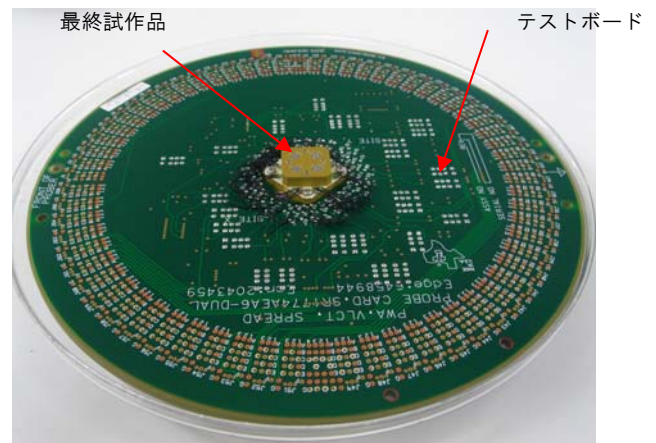


図 7 テストボードに装着した最終試作品

5. 実証試験

プローブカードとしての全体機能・性能を確認するために、従来のカンチレバー型プローブカードによるウェハーテストとの比較実験を行いました。図 8 に最終試作品による試験結果を示します。ウェハー1枚当約 900 の IC チップについて、21 枚のウェハーに対する IC チップ機能の良否判定結果です。良品率は、96.3%を示しており、従来のカンチレバー型プローブカードによるウェハーテストでの良品率が 98.0%程度であることから、大きな差異はなく最終試作品である新規構造プローブとしては安定した性能を発揮できているといえます。

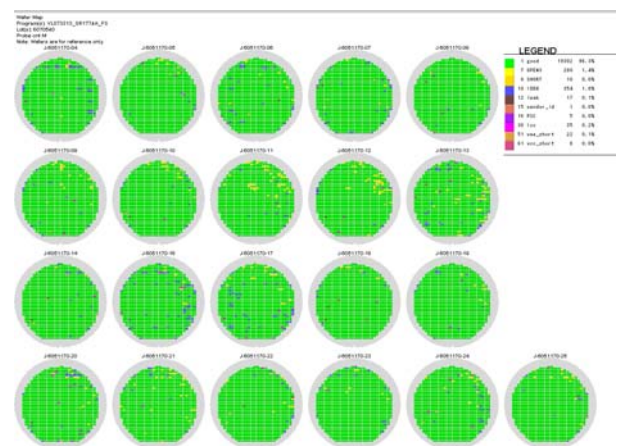


図 8 ウェハーテスト結果

今後は、更に、実証試験を重ねることで新規プローブカードの評価を確立し、ウェハーテストラインでの実使用を検討し、事業化を推進する予定です。なお、本開発成果は、「プローブカード」の名称で、特許出願しました。(特願 2008-325030) 本開発は、平成 18-20 年度大分県 LSI クラスター研究開発事業費補助金により実施しました。

(電子・情報担当 佐藤 哲哉 satotetu@oita-ri.go.jp)

平成 21 年度 合同研究成果発表会の開催

県内企業が自社の技術改善や研究開発を行う際に、県内の研究機関の研究成果を活用していただくため、技術シーズの紹介の場である 4 つの技術分野別の研究成果発表会を、大学、高専や産業科学技術センターが合同で開催いたしました。

発表会は、平成 19 年度より実施しており、今年度は、計 4 回の発表会を開催しました。

また、新たな取り組みとして、地域連携研究コンソーシアム

分野	発表	会場	開催日
情報・電気・電子	7件	芸術文化短期大学	H21/12/4
化学・環境	4件	産業科学技術センター	H21/12/10
生物・食品	6件	大分大学	H21/12/18
機械・金属	5件	産業科学技術センター	H22/2/26

大分の共催により実施した結果、発表した機関が増加し工学関係以外の発表が行われるなど、多彩な発表内容での開催となりました。

発表概要は、センターホームページで公開しています。



大分県立芸術文化短期大学での開催
(企画連携担当 船田 昌 funada@oita-ri.go.jp)

事業報告

技術研修(X線光電子分光分析装置)の開催

今年度、電源立地地域対策交付金事業により導入した X 線光電子分光分析装置(深さナノメートルオーダーの表面を分析する装置)を有効に活用していただくため、サーモフィッシャーサイエンティフィック(株)から講師をお招きして、技術研修を 1 月 19 日(第 1 部)と 1 月 20 日(第 2 部)の二部制で開催しました。

第 1 部(講義)では表面分析の原理から装置の事例紹介に渡る幅広い内容を短時間にまとめてご講義いただきました。第 1 部では 8 社 22 名のご参加をいただきました。

第 2 部(実演)では持ち込みの試料を実機で分析することにより、基本的な操作手順を説明してもらいました。

2 月より当センターの貸付機器として開放しています。依頼試験や機器貸付等、ぜひご利用をお願いいたします。



(工業化学担当 江田 善昭 edayosi@oita-ri.go.jp)

事業報告

エンドミル切削加工に関する技術講習会の開催

去る 2 月 25 日、エンドミル切削加工技術について、参加者 30 名を迎え講習会を開催しました。

エンドミル工具は、金型加工や難削材加工に広く用いられており、エンドミル切削加工の高精度化・合理化が生産加工の現場では常に課題となっています。

そこで本講習会は、最新の工具技術・潤滑技術・工作機械技術の 3 つの側面から、「小径エンドミルを用いた切削加工アプリケーションの紹介」(日進工具(株)・豊島直樹氏)、「切削油剤による潤滑・切削技術」(ブラザー・スイスループ・ジャパン(株)・塚谷雅彦氏)、「最新 5 軸加工機と加工事例」(三井精機工業(株)・酒見賢司氏)と幅広く情報提供を行うことを目的として開催しました。

会場では、エンドミルを利用した高硬度材加工など最先端

の事例紹介や実際の加工物の展示がなされ、参加者の大きな興味を集めていました。

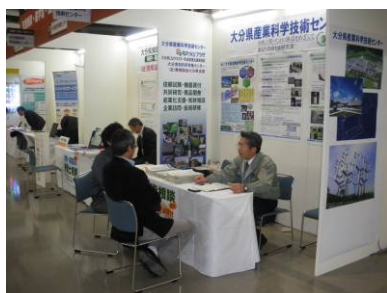


(機械・金属担当 大塚 裕俊 ootuka@oita-ri.go.jp)

おおいたものづくり王国総合展の出展

(財)大分県産業創造機構の10周年記念行事である「おおいたものづくり王国総合展」が、2月18～19日に別府ビーコンプラザで開催され、産業科学技術センターと知的所有権センターが出展し、センターの事業紹介や技術相談の対応を行いました。

当日は、展示会の他に、産業創造機構が主催する種々のイベントが開催され、19日に開催された平成21年度産学官交流大会のパネルディスカッションでは、坂下センター長がパネリストとして参加しました。



ブースでの技術相談対応



産学官交流大会パネルディスカッション

(企画連携担当 船田 昌 funada@oita-ri.go.jp)

導入機器紹介

非接触3次元デジタイジングシステム

電源立地地域対策交付金事業により、非接触3次元デジタイジングシステムを整備しました。本装置は、非接触タイプの形状測定機で、物体の表面形状を点群データとしてCCDカメラから取得し、3次元CADデータとの照合や幾何形状計測、測定形状の3次元CADデータ出力が行えます。

現場での測定にも対応可能です。精密プレス品や自動車用部品などの自由曲面計測やリバースエンジニアリングなどにご活用下さい。

<形式>	独 Steinbichler 社製	COMET5-4Ma
<仕様>	ワンショット測定精度	±0.008 mm
	平均測定点間ピッチ	0.04 mm



(機械・金属担当 重光 和夫 shigemitsu@oita-ri.go.jp)

機器紹介

高速液体クロマトグラフ質量分析装置

高速液体クロマトグラフ質量分析装置を導入しました。

この装置は高速液体クロマトグラフで混合サンプルから目的成分を分離し、その質量分析をするものです。目的成分そのものやイオン化フラグメントの精密質量が測定できるため、元素組成や化学構造の推定ができます。

<型式>	Waters 社製	Xevo QToF MS
<仕様>	TOF 質量範囲	m/z ~100,000
	2 溶媒グラジエント溶出可能	



(食品産業担当 山本 展久 n-yamamo@oita-ri.go.jp)

機器紹介

X線光電子分光分析装置

電源立地地域対策交付金事業により、X線光電子分光分析装置(深さナノメートルオーダーの表面を分析する装置)を整備しました。多くの方のご利用をお待ちしています。

<型式>

メーカー: サーマフィッシャーサイエンティフィック(株)
機種: 高性能 X線光電子分光分析装置 K-Alpha

<仕様>

ビーム径: 30~400 μm
OS: Windows XP (en)
検出元素: H, He 以外の全元素
最大試料寸法: 60 mm \times 60 mm \times 16 mm t

<機器使用料>

4,930 円/時間(平成 22 年 2 月現在)



(工業化学担当 江田 善昭 edayosi@oita-ri.go.jp)

機器紹介

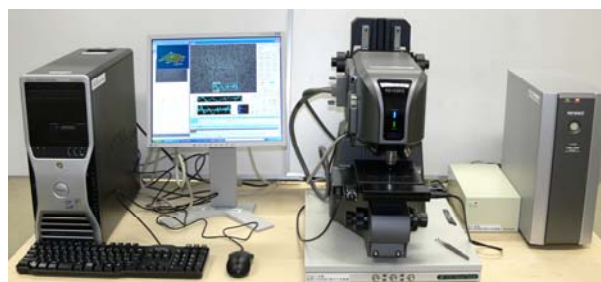
微細形状観察評価装置(レーザー顕微鏡)

電源立地地域対策交付金事業により、微細形状観察評価装置(レーザー顕微鏡)を整備しました。本装置は、顕微鏡観察視野内の微小な立体物の 3 次元データをレーザー(非接触)で測定する装置です。

微細化する半導体・電子部品(ウェハ表面、半導体パッケージ、BGA、コンタクトプローブピン)などの観察・形状評価に活用が可能です。ぜひご利用ください。

<型式> (株)キーエンス製 VK-9700SP
<仕様> 測定用レーザー光源 バイオレットレーザー 408nm
対物レンズ倍率 5、10、20、50、150 \times

電動ステージ 50mm \times 50mm 可動
12 インチウェハ用ステージ付属



(電子・情報担当 秋本 恭喜 akimoto@oita-ri.go.jp)

機器紹介

電子顕微鏡用試料作製装置(イオンビームミリング装置)

このたび、電子顕微鏡用試料作製装置(イオンビームミリング装置)を導入しました。

この装置は、アルゴンイオンビームで電子顕微鏡用試料の前処理を行います。主に、SEM 試料の断面作製や TEM 試料の薄片作製に用います。

ぜひご利用ください。

<型式> ライカマイクロシステムズ株式会社製 EM RES101

<仕様>

断面作製:
試料形状(高さ 4.0 mm、幅 5.0 mm、厚さ 1.5 mm まで)

表面処理:

試料形状(高さ 12 mm、直径 25 mm まで)



(工業化学担当 安部 ゆかり y-abe@oita-ri.go.jp)

機器紹介

金属組織検査用試料作製装置

競輪(財団法人 JKA)の補助事業により、金属組織検査用試料作製装置を導入しました。本装置は、試料埋込機、自動研磨装置で構成され、検査試料を試料埋込機によって樹脂に埋設して形状を整え、自動研磨装置によって顕微鏡等で検査できるように検査面を鏡面状態に仕上げる装置です。

<型式> ビューラー社製

シンプリメット 1000

エコメット 250/オートメット 250 プロ

<仕様> 作製試料径: 1.25 インチ(31.75mm)

自動研磨試料同時処理数: 6 個

研磨円盤径: 254mm



(機械・金属担当 園田 正樹 m-sonoda@oita-ri.go.jp)

機器紹介

水銀測定装置

電源立地地域対策交付金事業により、水銀測定装置を導入しました。

本装置は、原子吸光法により試料(固体・液体)の水銀濃度を測定する装置です。加熱気化方式なので、酸による分解等の前処理が不要です。

ぜひご利用ください。

<型式> 日本インスツルメンツ株式会社製 MA-2000

<仕様> 加熱温度: 最高 900℃以上

試料量: ~500 mg

検出下限: 0.002 ng

測定範囲: ~1000 ng



(工業化学担当 安部 ゆかり y-abe@oita-ri.go.jp)

事業紹介

平成 22 年度 共同研究／委託研究のご案内

企業のみなさまが抱える技術的課題について、産業科学技術センターが共同研究／委託研究の実施により対応いたします。平成 22 年度の予定のご案内をいたします。

① 共同研究の概要(実施予定:8 課題)

- ・企業とセンターが課題を分担して研究を実施
- ・必要な研究費は、分担部分をそれぞれが負担

② 委託研究の概要(実施予定:2 課題)

- ・企業の技術課題をセンターが実施
- ・必要な研究費は企業負担

③ 応募対象: 中小企業者及び中小企業者の団体など

④ 応募期間: 平成 22 年 4 月以降随時(説明会開催予定)

⑤ 研究期間: 平成 22 年 4 月から平成 23 年 2 月末まで

◎平成 21 年度の取り組み課題

(共同研究)

家畜に取り付けた無線センサ情報の安定受信に関する研究と装置開発

粘度調整に関する共同研究

ウメ果実を利用した新規果汁製品の開発

機能温泉浴を再現する入浴剤・ローションの開発

工事作業車両における IT 機器実装方式の研究

(委託研究)

改質硫黄固化体のスケール付着抑制機構に関する調査研究

焼酎の長期貯蔵に適したスギ樽の製造方法について

(企画連携担当 船田 昌 funada@oita-ri.go.jp)

技術情報おおいた【大分県産業科学技術センター ニュース】 No.152 発行 平成 22 年 3 月 16 日

〒870-1117 大分県大分市高江西 1 丁目 4361-10

大分県産業科学技術センター 企画連携担当 Tel. 097-596-7101 E-mail: info@oita-ri.go.jp