

文部科学省ハイテク・リサーチ・センター整備事業

(平成15年度～平成19年度)

工学院大学総合研究所

マイクロ先進スマート機械・マイクロバイオシステム

研究センター

SMB C (Smart machine and Micro-Bio Systems Research Center)

SMB C研究成果最終報告会

平成20年3月

工学院大学総合研究所

目 次

		頁
巻頭	マイクロ先進スマート機械・マイクロバイオシステム研究センターこの5年間 センター長 小泉 安郎	1
I	機能性マイクロ機械要素・デバイスの開発と特性評価	
I-1	機能性マイクロ機械要素の開発・評価に関する基礎研究・・・・・・・・・・ 関口 勇	11
I-2	マイクロデバイス創製技術の開発ーセンサ・ネットワーク用弾性表面波ガス・センサの研究 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 疋田 光孝	17
I-3	マイクロバイオデバイスの開発ーNi-Ti 形状記憶合金ー・・・・・・・・・・ 木村 雄二	23
I-4	生体器官組織細胞の特性解析とマイクロバイオ材料の開発・・・・・・・・・・ 藤江 裕道	29
II	3次元マイクロナノ形状加工技術開発に関する研究	
2-1	放電・電解ハイブリッド微細軸成形を備えた放電マイクロマシニングセンタの開発 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 武沢 英樹	37
2-2	光造形によるマイクロギヤの成形加工と成形品物性に関する研究・・・・・・・・ 佐藤 貞雄	43
2-3	マイクロナノ規則性構造材料創製技術の開発とマイクロバイオシステムへの応用 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 小野 幸子	50
2-4	サブミクロン精度の3次元転写技術に関する研究・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 畑村洋太郎	58
III	マイクロ環境下システム・要素の特性評価、診断技術の開発研究	
3-1	マイクロスケール下異種材料界面の力学的挙動の解析ならびに環境強度評価・・ 立野 昌義	67
	マイクロスケール下の引張および疲労試験・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 後藤 芳樹	74
3-2	液相マイクロリアクターの流動特性と反応成績・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 長本 英俊	80
3-3	スマート機械システムのモデル化と振動解析手法への適用・・・・・・・・・・ 大石 久己	87
IV	マイクロエネルギーシステムに関する研究・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 小泉 安郎	95
4-1	マイクロスケール下の熱流体挙動・伝熱機器とエネルギー発生輸送機器の開発に関する研究 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 小泉 安郎	97
4-2	Ultra Micro Jet Engine の開発に関する研究・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 雑賀 高	107
4-3	マイクロポンプ内部流れと性能特性に関する基礎的研究・・・・・・・・・・ 佐藤光太郎	113
4-4	地球上の余剰バイオマスをエネルギーとする微生物による水素ガス生産・・・・ 小野寺一清	118
V	マイクロ環境下フルイディクデバイスの開発研究・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 廣木富士男	127
VI	マイクロシステム統合化技術	
6-1	マイクロ機械のロボット化・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 高信 英明	141
6-2	羽ばたき型マイクロ・エア・ビークルの開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 飯田 明由	149
6-3	微小物体の運動およびマイクロスケール機構の製作に関する研究・・・・・・・・ 鈴木 健司	158

マイクロ先進スマート機械・マイクロバイオシステム研究

センターこの5年間

Research Activity of Smart Machine and Micro-Bio Systems Research Center for Five Years

研究センター長
機械工学科 教授
小泉安郎

The research project of "Technology Development for Smart Machine and Micro-Bio Systems" for five years was launched by Kogakuin University in 2003. This research project has started as one of the measure of the Ministry of Education, Culture, Sports, Science and Technology of the Japanese Government for the purpose of fostering high-tech research centers. This project has been carried out at the Smart Machine and Micro-Bio Systems Research Center in the "Micro and Bio Systems Research Center; MBSC" building newly built at the Hachioji campus. The project is composed of six research themes; 1. to develop functional micro-mechanical elements and devices and to evaluate these capability, 2. to develop three-dimensional nano- and micro-machining technology, 3. to develop technology to analyze and diagnose the characteristics of systems and machine elements under micro-scale environment, 4. to study the micro-energy system, 5. to study on developing micro-fluidics devices and 6. to develop synthesizing technology of micro-systems. In this research project 53 researchers including members from the outside of Kogakuin University participate.

工学院大学では、文部科学省の私立大学学術研究高度化推進事業（ハイテク・リサーチ・センター整備事業）の一環として、平成15年度より期間5カ年の『マイクロ先進スマート機械・マイクロバイオシステム実現へ向けてのテクノロジー開発』と題する研究プロジェクトを進めてきた。研究施設となるマイクロ先進スマート機械・マイクロバイオシステム研究センターは、工学院大学八王子校地に新たに竣工されたマイクロ&バイオシステム研究センター（Micro and Bio Systems Research Center; MBSC）棟内の1、2階部分を専有して置かれている。

この研究プロジェクトではマイクロマシン技術蓄積と基礎技術開発、それを応用した実用スマート機械の実現、またマイクロ環境下での反応と操作を応用したマイクロバイオシステム実現を目指してきた。研究課題は次の6つの大テーマ

1. 機能性マイクロ機械要素・デバイスの開発と特性評価
2. 3次元マイクロ・ナノ形状加工技術開発に関する研究
3. マイクロ環境下システム・要素の特性評価解析、診断技術の開発研究

4. マイクロエネルギーシステムに関する研究
5. マイクロ環境下フルイディクスデバイスの開発研究
6. マイクロシステム統合化技術

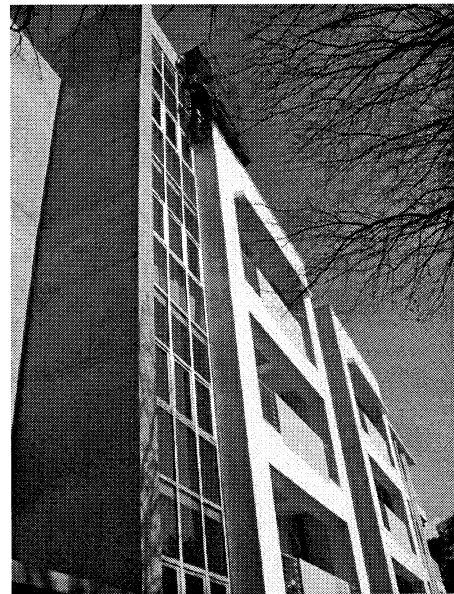
に分類される。各大テーマにはそれぞれ幾つかの小テーマがあり、総勢学外者も含めて 53 名の方々が参加している。

これらにより、これまで、別々に研究され、蓄積されてきたマイクロテクノロジー・マイクロマシン技術が統合されて、従来サイズの機械システムに比べて大きくダウンサイジングされた手のひらサイズかそれ以下の大きさの独創的機械システム、いわゆる先進スマート機械の実現化、そして新たな技術分野、産業分野の創出、またマイクロバイオシステムの実現へ道を開く事が期待されている。研究の実施される八王子校地周辺には、多くの工場群がひかえ、また大学も多数存在する。これらに対し、新たにこの研究により得られる技術情報を提供し、また技術サービスを行うことにより、地域の技術分野における発展に貢献することも視野に含まれている。更には、これらの研究成果はまた本学学生の教育に生かされ、次代を担うことになる学生達に、独創的、萌芽的先進的研究・技術を開拓する能力を育むことも意図されている。

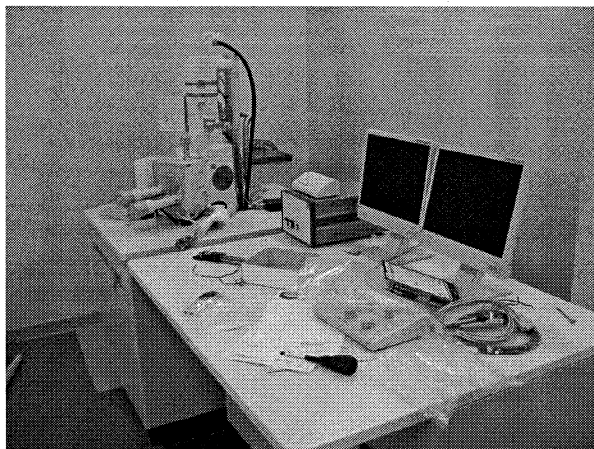
平成15年度には主に研究施設の建設と設備導入が行われた。研究施設「マイクロ&バイオシステム研究センター (Micro and Bio Systems Research Center : MSBC) 棟」が、平成16年3月に竣工した。MSBC 棟は鉄筋コンクリート造り4階建てであり、その内の1、2階部分約870m²を使用して本研究プロジェクトは進められてきた。1階部分には、クリーンルーム2つとイエロールーム1つ、及びそれらの管理室、機械室と教員控え室がある。2階部分には共用実験室6室がある。希望に応じて各研究者に割り振られ、研究が活発に進められている。



MSBC 棟入り口



MBSC 棟全景



電子線描画装置

クリーンルーム、イエロールームには、主な設備として、Deep RIE、酸化炉、電子線描画装置、両面マスクアライナー、リアクティブイオンエッチング装置、ECR イオンシャワー装置、プラズマエッチング装置、スパッタ装置、ダイシングマシン、非接触型3次元形状測定器、原子間力顕微鏡、レーザー顕微鏡、エネルギー分散形X線分析装置、膜厚計、超音波洗浄機、オープン、ドラフトチャンバー、スピナー、片面マスクアライナー、ホットプレート、温度制御装置、真空蒸着装置、CCD顕微鏡、金属顕微鏡、クリーンベンチ等が有る。2階の共用実験室には収束イオンビーム微細加工装置、光造形装置、YAGレーザー、ドラフトチャンバー、クリーンブースなどが設置されている。全体として、マイクロファブリケーション工場・マイクロ実験室となっている。

以上に加えて、平成17年度には、マイクロマシン評価装置として、①形状評価装置（リアルサーフェスビュー顕微鏡、レーザー顕微鏡）、②内部構造評価装置（X線CT装置）③材料強度評価装置（超微小押し込み硬さ試験機）、④高速動作評価装置（高速度カメラ）、⑤電気特性評価装置（ウェッジボンダ、プローブステーション）の導入が図られた。

『マイクロ先進スマート機械・マイクロバイオシステム研究センター（SMBC）安全対策マニュアル』を整備し、これを元にして各年安全講習会を開催してきている。クリーンルーム内には様々な設備があり、またそれらでは種々のガスや溶液が使われる。これらのガスや溶液の中には毒性を持つものも多く含まれる。従って、クリーンルーム内で作業をする者は当然機器の取り扱いには熟知し、また、安全作業に徹する必要がある。加えて、異常事態が発生した場合には適切に対処する事が求められるし、場合によっては速やかな待避の必要性も生じる。このようなことから、クリーンルーム内で作業をする者は必ず安全講習会を受講し、許可を受けた者に限られる。クリーンルーム外の研究設備を使用する場合でも、諸設備の取り扱い法、あるいは借用法について熟知の必要があり、また異常時の対応法等を身につけておく必要がある。そのため、クリーンルーム外の研究設備を使用

する者も必ず安全講習会を受講していただくこととした。新規の装置の導入や、安全手順の改訂等もあり、各年度開始時には、それまでに受講経験がある場合でも必ず再度受講することとしている。鈴木健司准教授、杉井靖彦准教授を講師として開講されてきている。安全講習会では、○MBSC 棟及びクリーンルームの入退出管理、○クリーンルーム内及びMBSC 棟内本プロジェクト関係諸設備の使用に関する決まり、○安全管理に関する決まり、○薬品と廃液に関する決まり、○非常時の対処法、等について講義がなされる。

本プロジェクトでは、毎年 RA (Research Assistant) を 3 名雇用してきた。SMBC 内の設備活用は本プロジェクト研究遂行の大きな要素であり、その装置使用に当たっての便宜提供が主な業務内容である。

本研究プロジェクトでは、SMBC 全体としての定常的研究活動として、学内外に公開の研究会を開催している。平成 15 年度は 3 回、それ以降は各年度 5 回の研究会を開催した。平成 15 年度の研究会テーマを例として以下に示す。

【第 1 回研究会】 平成 15 年 9 月 19 日 (金) 18 時 00 分 ~ 20 時 00 分

「伝熱工学研究室におけるマイクロ熱流体研究」

小泉 安郎・大竹 浩靖・宮下 徹

「マイクロ・ナノの世界でクーロンの摩擦法則は成立するか」

藤江 裕道・崔 乗喆・関口 勇・佐々木 信哉・安藤 泰久

「ロボットによる生物シミュレーション」

高信 英明

「地球上の余剰バイオマスエネルギーとした微生物による水素ガス生産」

小野寺 一清

【第 2 回研究会】 平成 15 年 11 月 5 日 (水) 18 時 00 分 ~ 20 時 00 分

「みみずの移動機構解析」

藤江 裕道

「ウルトラマイクロガスタービンとマイクロ飛行機」

飯田 明由

「高規則配列をもつナノ・マイクロポーラスアルミナ膜の作製とその応用」

小野 幸子

「マイクロポンプに関する研究」

佐藤 光太郎

【第 3 回研究会】 平成 16 年 1 月 21 日 (水) 14 時 00 分 ~ 16 時 00 分

「超音速フリージェット PVD によるナノコーティング技術の開発」

廣木富士男, 塩田一路, 丹羽直毅

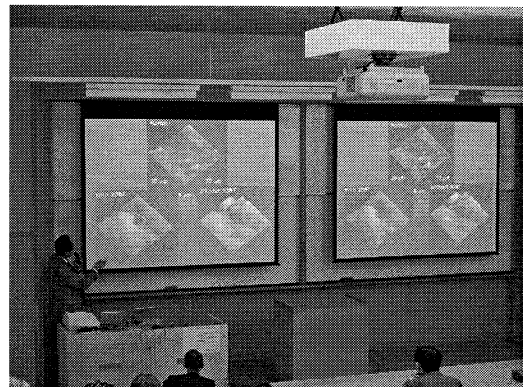
「ロータ型粘性利用ポンプの最適形状に関する研究」

佐藤光太郎

「放電による微細工具の瞬時成形とその応用」

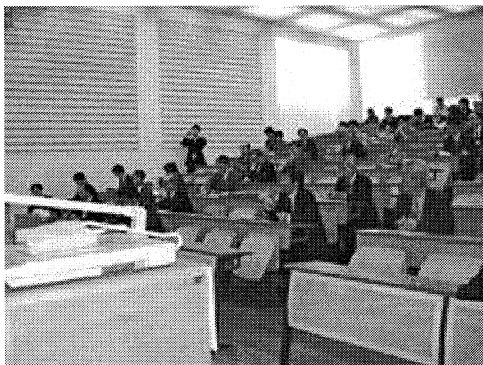
武沢英樹

また、各年度の研究成果報告会を、平成16年4月、平成17年3月、平成18年3月（中間成果報告会）、平成19年3月に開催した。多くの参加者を得、研究成果発表、相互の情報交換が活発に行われた。



中間成果報告会光景

平成17年度の研究成果報告会では、韓国の Pusan National University、School of Mechanical Engineering、MEMS/NANO Fabrication Center Director の Kyung Chun Kim 教授、及び、台湾の National Tsing Hua University、Institute of Microelectromechanical Systems の Da-Jeng Jeffrey Yao 教授を招待講演の講師としてお呼びし、ご講演を頂いた。



中間成果発表会光景



中間成果発表会 Yao 先生

平成18年7月に、韓国釜山国立大学を核とする MEMS/NANO Fabrication Center of Busan Techno-Park と研究交流覚え書きへの調印を交わした。相手側の Busan

Techno-Park では、工学院大学の SMBC とほぼ同様の研究プロジェクトが進められている。この覚え書きでは、相互に人的交流と研究情報交換を行い、互いに研究の進展に生かすことを目的としている。更に、環境が整った場合には、特定のテーマを相互に定め、共同研究実施へ進むことも先の展開として含まれている。平成18年9月には、釜山国立大学内に Busan Techno-Park の新たな研究棟の開所式があり、小泉が招かれ式典に望んだ。平成19年3月23日に、第1回目の共同研究発表シンポジウム『The 1st Japan-Korea Joint Symposium on Mini/Micro/Nano/Bio-Systems』が開催された。韓国側、工学院大学側それぞれからともに4件の発表がなされた。第2回シンポジウムが平成20年3月28日、釜山国立大学で開催される予定で準備が進められている。



釜山大学とのシンポジウム光景

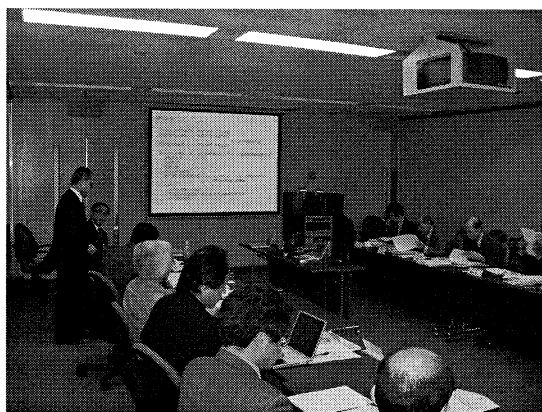


シンポジウム懇親会光景

本プロジェクト中間年である平成17年度に、庄司正弘先生(現神奈川大学、当時産総研、元東京大学)、岡本博司先生(東京電機大学)、下山勲先生(東京大学)、大友功先生(工学院大学電子工学科)、佐藤光史先生(工学院大学共通課程)に委員就任をお願いし、外部評価委員会を設置した。平成17年1月、並びに3月に開催され、外部評価委員会評価結果に基づく中間評価報告書がまとめられ、概ね順調に進められているとの評価を得ている。改善点として、テーマ間の連携改善と全体のまとまりの方向性を持たせる工夫について指摘を受けている。大変ありがたい貴重な評価結果であり、これらを十分に生かして、更なる成果獲得をすべく関係者一同努力をしている。これ以降、原則各年2回、上記外部評価委員会を開催し、プロジェクトを進めるに当たり助言を頂いてきている。

本プロジェクト中間年である平成17年9月に、『マイクロ先進スマート機械・マイクロバイオシステム実現へ向けてのテクノロジー開発 研究進捗状況報告書』を文部科学省へ提出した。これに対し、文部科学省から中間評価結果が通知された。評価結果は総合所見 AA であり、順調に進められているとの評価結果を得ることができている。ただし、研究進展に改善の必要のあるテーマが一部有ること、またテーマ間の連携を更に強める必要のあること等の指摘もなされている。これら指摘事項への改善を図り、今日まで進めてきている。

平成19年度は本プロジェクト最終年であり、成果のとりまとめを進めている。これまでに導入した研究設備機器を更に十分に活用すること、またこれまでの成果を更に展開することを目的として、平成20年度以降も研究を継続することが確認され、文部科学省へ本プロジェクト延長応募をすべく準備が進められている。



外部評価委員会風景

I 機能性マイクロ機械要素・デバイスの開発と特性評価

小テーマ 1.1 機能性マイクロ機械要素の開発・評価に関する基礎研究

関口 勇（機械工学科教授）

鷹野 一郎（電気システム工学科教授）

1.はじめに

本小テーマでは、機能性マイクロ機械要素の開発において重要となる材料表面の改質について研究を進めてきた。マイクロ機械においては、微小部分の接触による機械的特性がマクロにおけるそれとは大きく異なることがわかっている。その対策として、ハードディスク保護膜やペットボトルなどへのガスバリア膜として近年注目されているダイヤモンド状炭素（DLC: Diamond-like Carbon）¹⁾のマイクロ機械への適用を考えた。炭素は良く知られているように、機械的には硬質のダイヤモンドから軟質のグラファイト、電気的には絶縁体から導電体というように構造の変化によって大きく異なる性質を持つ。DLCはアモルファス構造を持ち、構造的にはダイヤモンドとグラファイトの中間に位置するものと説明される。しかし、アモルファス構造の中にも、ダイヤモンド構造(sp^3)に近い成分を多く持つもの、あるいはグラファイト構造(sp^2)に近い成分を多く持つものなどその形態は様々である。さらに、DLC中に存在する水素量によっても機械的性質は左右されることが分かっている。一般的には水素量が多いと軟質で耐摩耗性が高くなるといわれているが詳細については意見の分かれるところが多い。このような DLC は炭素のみで構成されるため、ステントや人工関節などの生体への適用も比較的容易であるといわれており、極めて環境や人体に影響が少ないものと言えるが、密着性などの問題があるため改善のための研究が行われている。

前述したように機能性マイクロ機械や生体材料においては、膜厚も薄くする必要があり高い密着性が要求される。著者らは DLC と基板との界面層を制御するためイオンビーム照射を用いて、積極的に界面層を傾斜化し特性の改善することを目的としている²⁾³⁾。イオンビームによって得られる照射効果は、半導体製造過程で用いられているような不純物添加とエネルギーの付与である。照射イオンに金属や反応性ガスを用いれば、イオンは注入により膜構成原子となる。一方、照射イオンに不活性ガスイオンを用いれば、多くの場合膜構成原子とはならず、プラズマのようにエネルギー付与の効果が得られる。イオン照射がプラズマと大きく異なる点は、エネルギーの均一性に優れることであり、基礎的な現象を把握する上で重要な役割を果たすことができる。

DLC 薄膜の作製に He^+ イオンビームアシスト法を用いた場合、イオンビーム照射によって基板温度が上昇するため成膜温度の影響を調べた。さらに、イオン照射の特徴である炭素の基板へのノックオン効果について詳細に調査した。すなわち界面制御によって形成される基板中での C 層の形状の変化と硬さと摩擦・摩耗特性の関係を明確にする。マイクロ機械では、表面処理による寸法変化も極力小さく抑えなければならないため、マイクロ機材自体に保護物質を拡散させることは有効な方法であると考えている。ここでは特に成膜の基本となる基板温度依存性と XPS 深さ方向分析によるミキシング層の状態について詳しく調査した。最終報告となる本報では雰囲気ガスをエチレン(C_2H_4)だけでなく、炭素量の多いトルエン(C_7H_8)、また酸素を含むエタノール(C_2H_5OH)に変えた場合の効果についても報告する。

2. 評価方法

深さ方向の組成および化学結合状態の分析は X 線光電子分光装置(島津製作所(株))、構造解析はラマン分光装置(日本分光(株)): Ar レーザー波長 514.5nm)により行った。機械的特性として、ヌープ硬さ試験機(島津製作所(株)): 荷重 30mN)およびピン・オン・ディスク型摩擦試験機(新東科学(株)): 荷重 0.98N, 回転半径 5mm)により、硬さおよび摩擦係数を測定した。また、摩擦試験後の表面観察は光学顕微鏡で行い、摩耗痕の形状をレーザー変位計((株)キーエンス)により測定した。

3. 基板温度の影響

3.1 基板温度と C の深さ分布

試料基板には鏡面研磨したステンレス鋼 (SUS304) を用いた。成膜チャンバー内は 6.0×10^{-4} Pa まで排気後、He ガスを 4.0×10^{-3} Pa まで導入し、 C_2H_4 ガスを全圧として、 2.0×10^{-2} Pa まで導入した。He⁺イオンビームの加速エネルギーは 15keV、照射電流密度を $80 \mu A/cm^2$ とし、7200sec 間照射した。通常 CVD や PVD での DLC 作製にあたっては、基板温度が高くなると成膜効率が低下することが知られている。He⁺イオンビーム照射の場合、投入される全エネルギーは加速電圧と電流密度の積

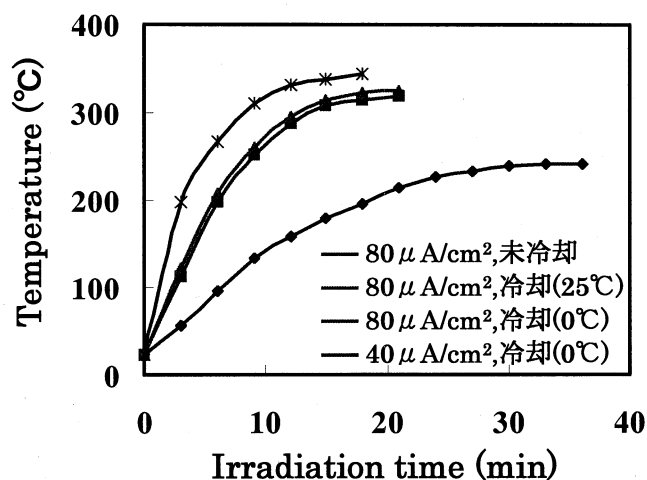


図 1 照射時間に対する温度上昇 (15keV, 7200sec)

によって決まる。一方で冷却と放熱さらに反跳イオンによってエネルギーは失われており、このバランスによって基板温度は一定値に落ち着くことになる。実験では基板ホルダを十分に冷却するため水冷ホルダとの基板ホルダの間に銅メッシュを挿入し、基板表面の温度測定にはクロメル・アルメルの熱電対を用いた。この条件下で基板を未冷却、冷却(水温 25, 0°C)として実験を行なったところ、図 1 のように基板温度の飽和値はそれぞれ 345°C、325°C、318°C となった。照射時間に対する温度上昇は、温度の飽和値が高いほど速く 345°C で約 12min、325 と 318°C では約 15min である。また、基板冷却による温度差だけでは十分な温度制御の効果がなかったため、基板を冷却(0°C)し照射電流密度を $40 \mu A/cm^2$ に下げたところ、基板温度は 240°C に低下した。すなわち、He⁺イオンビームの電流密度を $80 \mu A/cm^2$ から $40 \mu A/cm^2$ に下げることによって基板温度は 318°C から 240°C へと約 80°C 低下する。

それぞれの試料について X 線光電子分光法により深さ方向の組成を分析した。図 2(a)~(d)に深さ方向の組成分布として基板である Fe と添加された C について示す。同条件で He⁺イオンビームを照射した図 2(a)~(c)の試料を比較すると、基板温度が低下するに従って C の濃度が徐々に増加していることがわかる。また、基板冷却水温度を 0°C としてイオンビーム照射電流密度を変えた図 2(c)、(d)を比較すると、電流密度を $80 \mu A/cm^2$ とした試料よりも電流密度を $40 \mu A/cm^2$ とした試料の方が表面近傍における C 量が増しているが、深さ方向に対する C 分布は浅くなっていることがわかる。すなわち、C 濃度の傾斜は基板温度が高い方が平坦になり、基板温度が低い試料では傾斜が大きくなる。基板温度は C の深さ

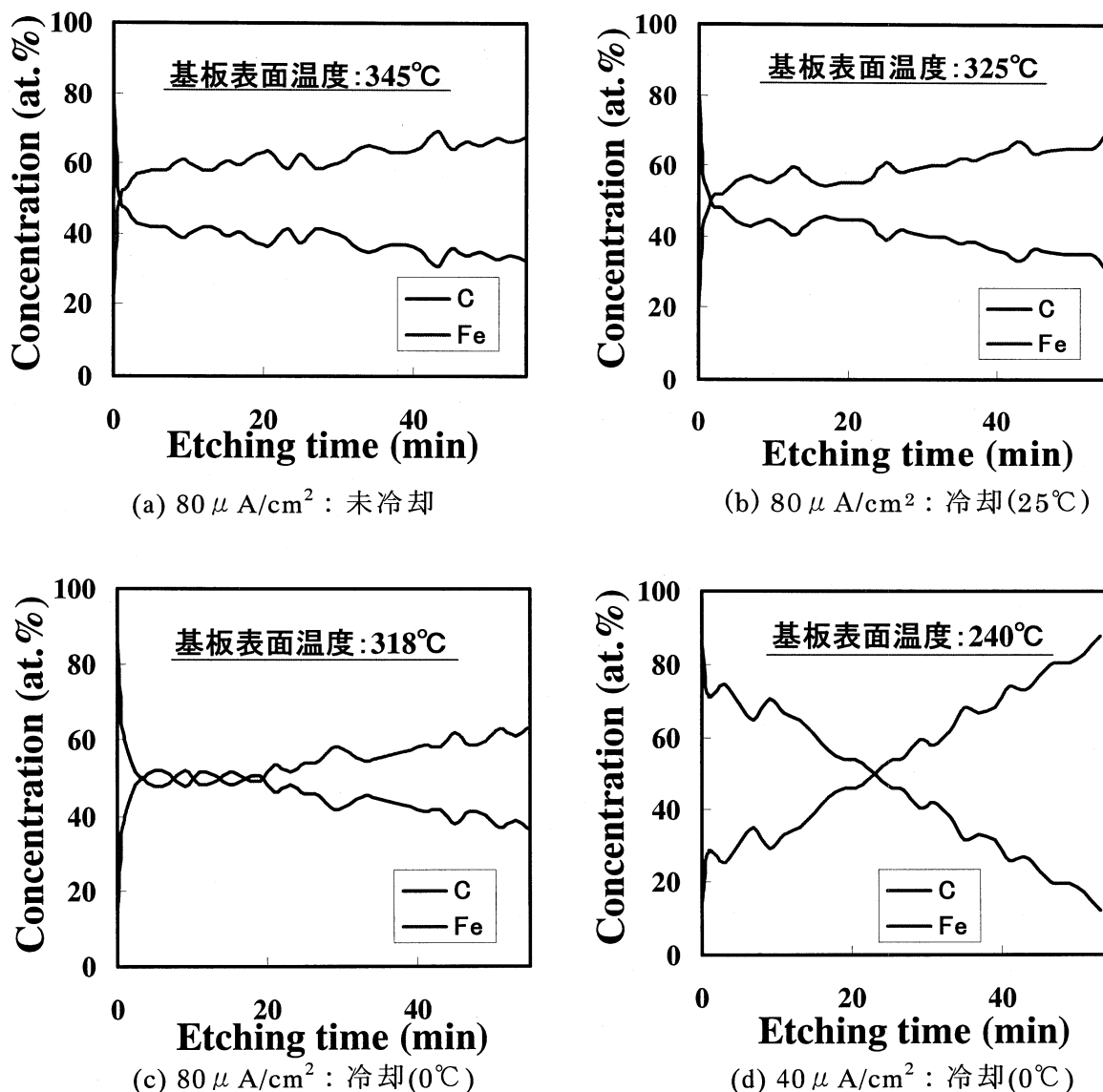


図 2 XPS による深さ方向組成分析 (15keV, 7200sec)

方向分布に大きな影響を与え、低温形成によって C の拡散が抑えられ、表面近傍における C 量が増加すると考えられる。

3.2 基板温度とヌープ硬さ

基板冷却温度の違いによるヌープ硬さを図 3 に示す。照射電流密度が $80 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ では、冷却(0°C)で図 2(a)に示すように最も C 量が多い試料のヌープ硬さが最大となった。一方、次に C 量の多い冷却(25°C)の試料と未冷却の試料では C 量とは逆にヌープ硬さが逆転している。基板冷却温度(0°C)で照射電流密度を変えた場合は、照射電流密度を低くし基板温度を低下させた試料の硬さは 6GPa 低くなった。

ヌープ硬さに関しては、C の深さ分布が深いほど硬さが向上する傾向があり、表面のみに C 量が多くても硬さは向上しないことがわかる。このように、C 量の分布形状は基板温度に大きく影響を受けることがわかる。

3.3 基板温度と摩擦係数

基板温度に対する摩擦係数の変化を図4に示す。電流密度が $80 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ では、基板温度の違いによる変化は見られず、 $40 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ のとき低い摩擦係数を得た。SUS304は、不動態層の影響により初期摩擦係数が低くなっている。電流密度が $80 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ の各試料では基板深くまでCが添加され、表層部分のC濃度が少ない。しかし $40 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ のとき、表層部分においては $80 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ よりもC濃度が高くなっており、摩擦係数に対しては基板表面に添加されたC量の影響が大きいことが予想される。

摩擦試験後の摩耗痕形状を図5に示す。電流密度が $80 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ の各試料では、摩擦係数と同様にほぼ同形状で、摺動幅が約 $200 \mu\text{m}$ 、深さが約 $0.8 \mu\text{m}$ であった。 $40 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ のときは摺動幅、深さが最も小さくそれぞれ約 $100 \mu\text{m}$ 、約 $0.3 \mu\text{m}$ となり、摩擦係数の低い試料では、摩耗が進んでいないことがわかる。

基板温度と機械的特性について検討したところ、基板温度が高いほどC濃度の分布は深くなり、硬さの向上につながると考えられる。一方、基板温度が低いほど表面近傍へのCの分布は高くなるが、深さ方向への分布は浅くなる。このようなC濃度形状は摩擦係数を低下させる効果がある。

4. 摩擦係数の加速電圧依存性

C_2H_4 ガスを全圧として 2.0×10^{-2} Pa まで導入し、 He^+ イオンビームの照射電流密度を $40 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 一定とし、

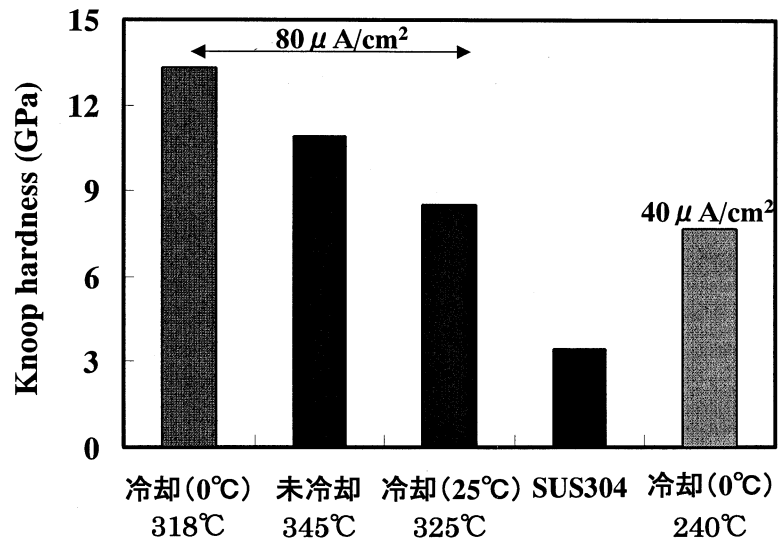


図3 基板温度とヌープ硬さの関係 (15keV, 7200sec)

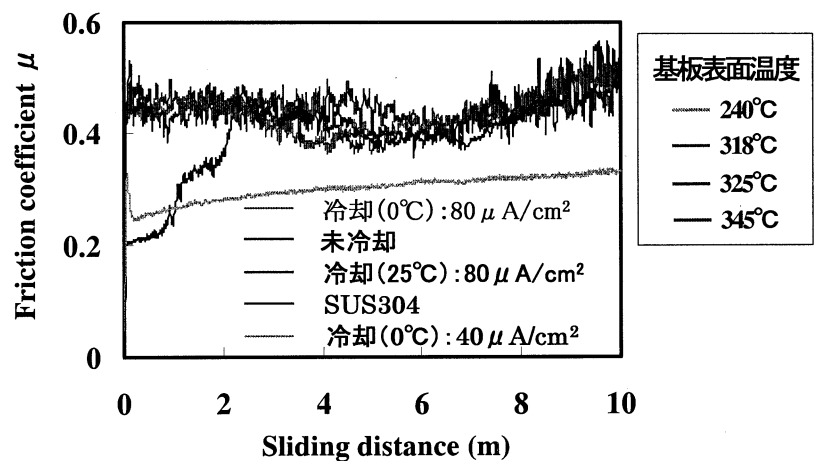


図4 基板温度と摩擦係数の関係 (15keV, 7200sec)

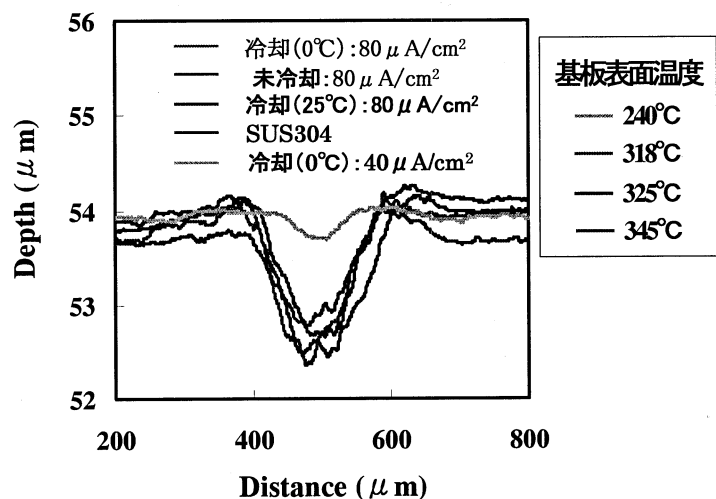


図5 摩擦試験後の摩耗痕形状(15keV, 7200sec)

処理時間 7200sec のもとで加速エネルギーを 1keV、5keV、10keV、15keV で変化した試料について述べる。加速エネルギーを変化させたときのヌープ硬さ、摩擦係数は加速エネルギーが高くなるとヌープ硬さは増加するが 10keV、15keV では大きな変化は見られなかった。摩擦係数は 10keV のとき最小値を示し、1keV、5keV のときはステンレス鋼と同等の値を示した。図 6 に摩擦試験後の基板表面と摩耗痕の形状を示す。加速エネルギーが高くなると、摩耗深さは浅くなるのがわかるが、相手材の SUJ2 球を見ると 10keV の試料に対するダメージが最も少なく摩擦係数に一致した結果となった。

5. 雰囲気ガス種による効果

ここでは He^+ イオンビームを C_7H_8 、 C_2H_4 、 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ の雰囲気ガス中で照射し C と H または O を解離し基板に C を堆積することで雰囲気ガス種による違いを調べた。薄膜の機械的特性が最も優れたものになる最適条件はそれぞれの雰囲気ガスによって異なる。ここでは異なる雰囲気ガスの比較のため同一条件で作製した試料の測定結果とそれぞれの雰囲気ガスについて最適条件で作製した結果について述べる。同一の試料作製条件は、He ガス圧 $6 \times 10^{-3} \text{Pa}$ 、He と雰囲気ガスの合計圧力 $2 \times 10^{-2} \text{Pa}$ 、電流密度 $40 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 、加速電圧 1keV とした。それぞれの試料の硬さと摩擦係数を図 7 と図 8 に示す。図 7 左側の同一条件下での基板の硬度は C_2H_4 が最も高くなり、摩

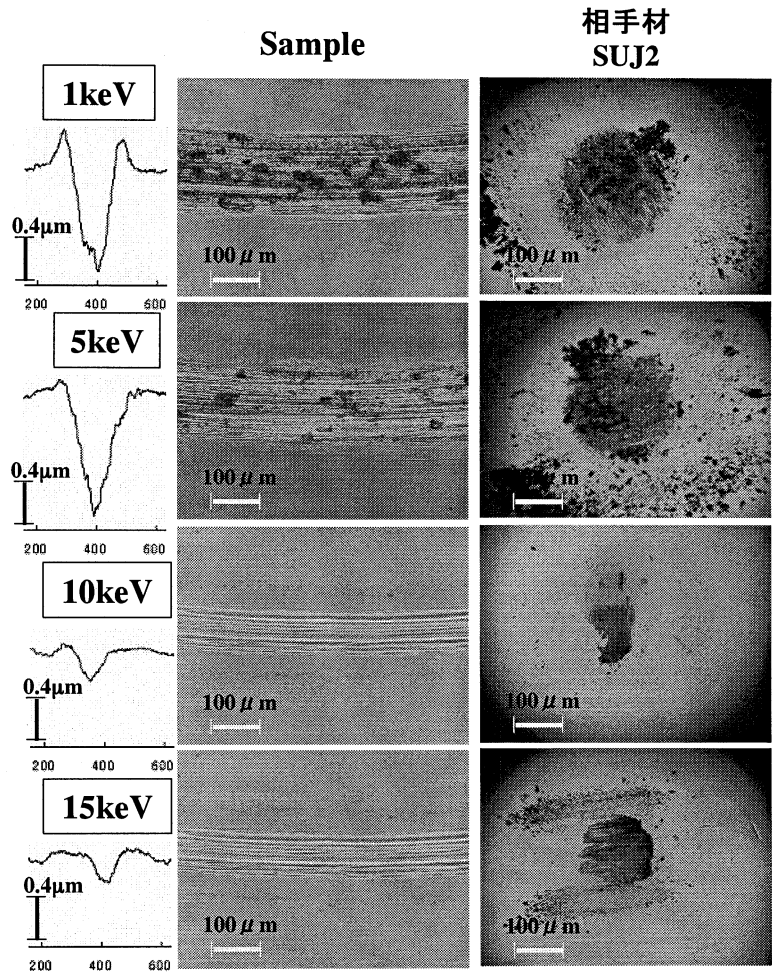


図 6 摩擦試験後の表面

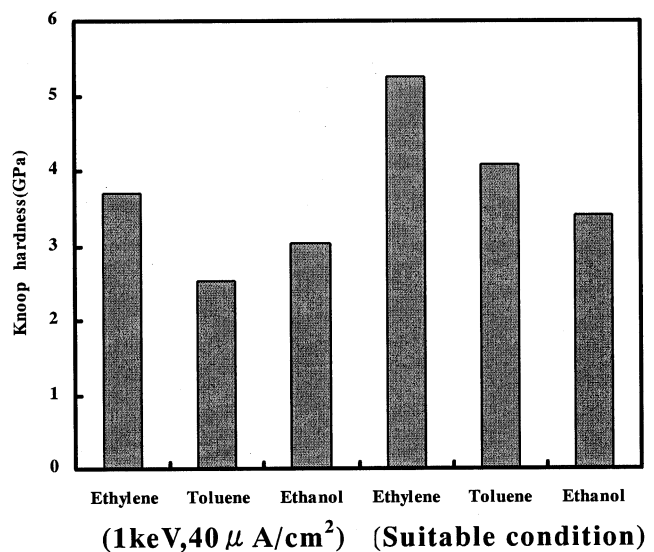


図 7 種々の雰囲気ガスによる DLC 薄膜のヌープ硬度

摩擦係数は C_7H_8 が最も低い値を示した。3 種類のガスの炭素数からみても C_7H_8 が圧倒的に多くの C を保有しているため、 C_7H_8 を雰囲気ガスとした場合には C 添加量も多くなりラマンスペクトルでも比較的強いピークが検出された。従って、摩擦係数も低くなったと考えられるが、硬度も低下することから軟質の C 膜が形成されているものと考えられる。また、 C_2H_4 と C_2H_5OH を比較すると、硬度は若干 C_2H_4 の方が高くなり、摩擦係数は低くなったことから、C 添加効率は C_2H_4 の方が高いと考えることができる。この条件で得られた試料のデータは DLC の特性とは言えず、硬度と摩擦摩耗特性とも用いる雰囲気ガス個々の条件設定をする必要がある。

最適条件下での機械的特性についても図 7 右側に示した。硬度は $15keV$ 、 $12\mu A/cm^2$ で C_2H_4 を用いたとき最大となり以下 C_7H_8 、 C_2H_5OH の順になる。雰囲気ガスによって堆積速度が違うので膜厚も異なるが、前述したように C_7H_8 は堆積速度が速く膜厚が厚いにもかかわらず硬度が低いことから、 C_7H_8 の場合比較的軟質の膜になる。一方摩擦試験では C_7H_8 雰囲気ガス中で He: と C_7H_8 の合計圧力が $2 \times 10^{-2} Pa$ 、He: $C_7H_8=1:1$ において $1keV$ 、 $40\mu A/cm^2$ の場合に摩擦係数が最も低くなり相手攻撃性の少ない軟質膜の効果が現われている。 C_2H_5OH では He が $6 \times 10^{-3} Pa$ 、 $14keV$ 、 $10\mu A/cm^2$ の場合に最も硬度が高く、He が $6 \times 10^{-3} Pa$ 、 $10keV$ 、 $10\mu A/cm^2$ の場合に最も摩擦係数が低くなった。これまでのところ、雰囲気ガスの炭素量と薄膜の機械的特性に明確な関連性を示すには至っていないが、加速電圧を上昇させると機械的特性が改善される傾向にあることが分かっている。

5.まとめ

本研究によってイオンビームアシスト法で作製された DLC 薄膜の C 濃度の分布形状と硬さおよび摩擦係数の関係について明らかにすることができた。C 添加にあたっては基板温度制御が重要であることがわかった。また、雰囲気ガスにおいては炭素量が多いと膜成長速度は速くなり、 C_7H_8 の場合軟質ではあるが摩擦係数に優れた DLC 薄膜となった。本研究において十分な基礎データが得られたので、今後はマイクロ機械や模擬生体環境での応用に取り組みたいと考えている。

参考文献

- 1) 高井治：プラズマ材料科学 第 153 委員会 第 73 回研究会資料，日本学術振興会 (2005)
- 2) I.Nakamura, M.Sasaki, I.Takano and Y.Sawada：Vacuum, 74(2004)659-633.
- 3) 鷹野一朗，他：第 111 回表面技術協会講演大会要旨集 (2005)285

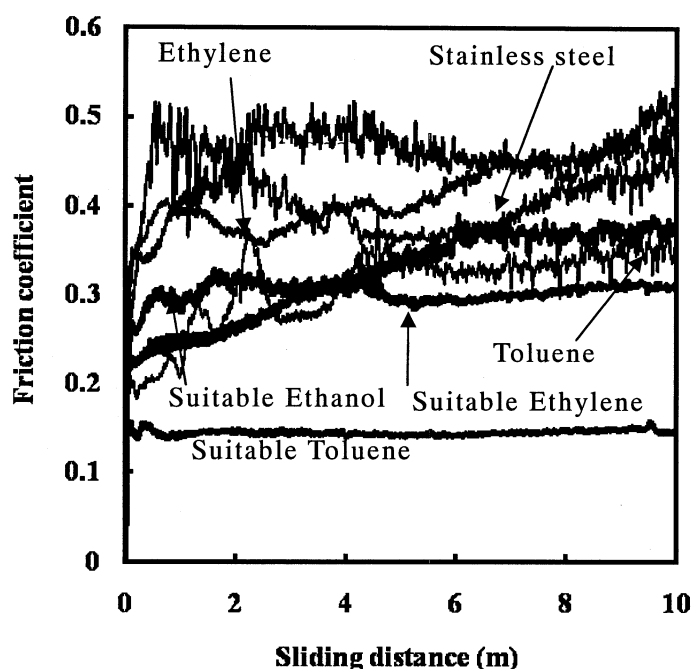


図 8 種々の雰囲気ガスによる DLC 薄膜の摩擦係数

1. 機能性マイクロ機械要素・デバイスの開発と特性評価

1-2 マイクロデバイス創製技術の開発

— センサ・ネットワーク用弾性表面波ガス・センサの研究 —

足田光孝（機械創造工学科）、南 圭哉、滝本宏紀、平泉康志（大学院機械工学専攻）

1. 緒言

移動通信の進歩に伴って、最近提案されたセンサ・ネットワークと言われる新概念がある[1-3]。非常に多数のセンサ(センサ・ノード)を配置し、各センサからの出力信号を主に移動通信と同様の手段により構築したネットワークを介して集約し、それ等のデータに基づき、家庭やオフィスの住環境の制御[4]、ビルや市街単位での環境モニタ、大規模な地域単位での自然環境状態の観察や保護などを行うものである[1]。センサ・ネットワークは、21世紀における携帯電話に匹敵するインパクトの大きい新概念であり、産業的にも大きく成長すると言われている。

半導体最大手の Texas Instruments 社は、センサ・ネットワークの将来展望を非常に大きなマーケットと考え、図1に示すような概念を提案しそれ等に用いる半導体 IC の開発計画も明らかにしている。我々は将来これ等の IC を利用したネットワークが安価に構築出来ることを前提に、さらなるネットワークの高度利用として、より快適な住環境を実現する研究を進めている [5]。本報告は、このような研究の一貫として行っている。上記ネットワークのセンサ・ノードに適用可能な、将来の燃料電池自動車の水素漏洩や環境汚染物質等のセンサに関する。

水晶基板の弾性表面波(以下 SAW (Surface Acoustic Wave)と略す)を用いた従来のガス・センサでは、元 Rockwell Inc. の E. J. Staples 等の研究が注目される[6]。彼等は Electronic Sensor Technology (EST 社、1995年設立)から SAW GC(ガスクロマトグラフィ)を発売した。高速分析システム“zNose”と称し、高性能用途向けとして世界中で採用されつつある[7]。その後、山中等により水晶球を周回する SAW を用いたセンサ[8]、谷津田等により水晶の SH 波(STW)を用いるセンサ等の研究が発表されている[9] (他の用途では、36°YX-LiTaO3 等を用いるもの[10]、その他多くの検討例がある[11])。しかし、産業的な側面から見ると、EST 社の SAW GC は一歩進んでいると言える。

SAW ガス・センサは現在でも活発に研究されているが、結晶基板が水晶に限られる点、センサ・ノード用には極端な低消費電力かつ小型化が要求される点など、従来の構造、装置等ではセンサ・ネットワークへは適用出来ない。我々は結晶に対する制約を取り除くことを目的に新しいセンサ構造を提案した。一方、センサ・ネットワーク用の無線媒体として、2.4GHz 帯を用いた ZigBee の標準化が進んでいる[12]。2.4GHz 帯の周波数信号を分周と逡倍によりセンシング用の周波数信号を作り出すことで、センサ装置回路の低消費電力化と飛躍的な簡略化を提案した。更に、SAW を励振するトランスジューサを工夫することで、基本周波数と3倍周波数の波の併用を検討し、センサとしてのダイナミック・レンジを大幅に拡大出来る可能性を示した。本報告では、最初に ZigBee に関して述べ、次に EST 社の SAW GC 等との簡単な比較で、提案のセンサ・ネットワーク用 SAW ガス・センサに関して説明する。さらに SAW 素子の設計と SMBC の MEMS 用プロセス装置を用いたプロト試作の結果に関して述べる。

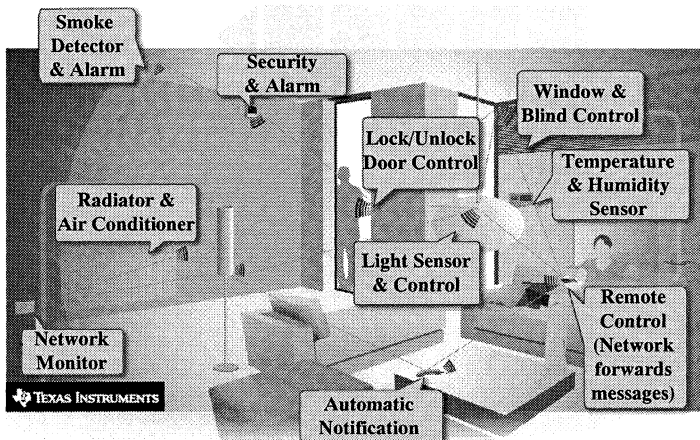


図1. Texas Instruments 社のセンサ・ネットワーク概念 (半導体 IC 計画)

表1. ZigBee、Bluetooth、UWB の無線規格

規格	ZigBee (IEEE802.15.4)	Bluetooth (IEEE802.15.1)	UWB (IEEE802.15.13)
周波数、変調	2.4GHz帯、OQPSK/DSSS	2.4GHz帯、GFSK/FHSS	3.1-10.6GHz、MCOFDM等
出力、レート	0dBm, 250kbps	0dBm, 721kbps	-41.3dBm/MHz, 数百Mbps
接続数	65,535ノード /1ネットワーク	7スレーブ /1マスタピコネット	
応用例	センサ・ネットワーク、ホーム・ネットワーク、照明/温度/空調、セキュリティ	PC、プリンタ、キーボード、オーディオセット、ハンズフリー等	

2. ZigBee をベースとするセンサ・ネットワーク

表1に示すように、2.4GHz 帯 ISM バンドを用いる無線通信規格には、IEEE802.11b, g に代表される無線 LAN (Local Area Network)の他に、IEEE802.15 で規格化される WPAN (Wireless Personal Area

Network)がある。IEEE802.15.1 が Bluetooth、 IEEE802.15.4 が ZigBee である[12]。WPAN にはその他、3.1-10.6GHz 帯を用いる IEEE802.15.13 で規格化される UWB (Ultra-Wide Band)もある。

ZigBee は、図 2(a)に示すように、PHY(Physical Layer: 物理)層と MAC(Media Access 制御)層が、IEEE802.15.4 で規定され、周波数(2.4GHz 帯)、変調方式、データレート等が定められている[12]。NW(Net Work)層、アプリケーションインターフェースは別途 ZigBee Alliance が規格化を進めている[13]。最大の特徴は、図 2(b)に示すように、1 ケのノードは 65,535 ケのノードと接続が可能である点で、これによりセンサ同士を結びつけたセンサ・ネットワークの構築が可能になる。また、通信はスリープレーム構成を用いた間欠動作のため、電池 1 ケで数年間の動作も可能である。

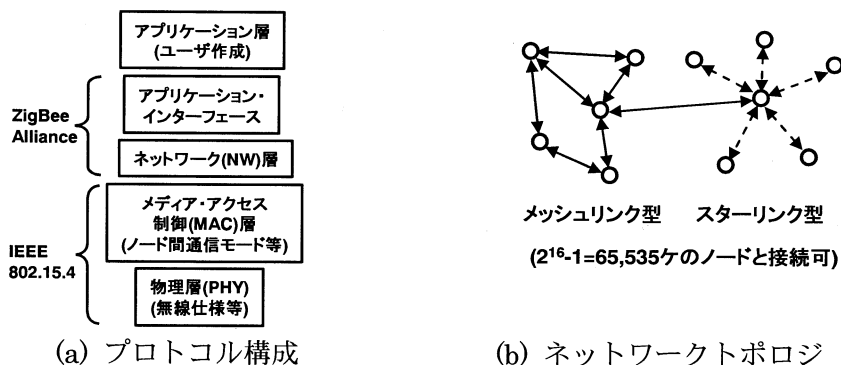


図 2. ZigBee の特徴

3. 従来の SAW センサ

既に製品化されている EST 社の SAW GC は、図 3(a)、(b)に示す動作原理を採用している。バルブを介して吸引ポンプでガスを吸い込む過程で、ガス中の検知物質がトラップ部分に付着する(図(a))。バルブを 60°回転し、トラップ部分を加熱すると同時に、ヘリウムにより離脱物質を SAW センサへ送る(図(b))。トラップとセンサ間にはカラムがあり、カラムを通過する時間は物質により異なる。これにより、物質の種類を特定する。物質は、SAW センサの表面に吹き付けられ(図(c))、一部が表面に付着する。これが SAW 発振器の周波数の低下となり、周波数変化量が上記で特定した物質の量に対応する。

EST 社の例では、SAW センサは 1 ケであるが、例えば Vectron 社の製品例では[14]、図 4 に示すような SAW 発振器を複数ケ用い、SAW 伝搬路に特定の物質に敏感に反応する薄膜を形成することで、物質の種類と量を特定する構成もある。検知物質を限定する場合は、本構成は有利であるが、多種類の物質に対応出来る点では、EST 社の構成は優れている。

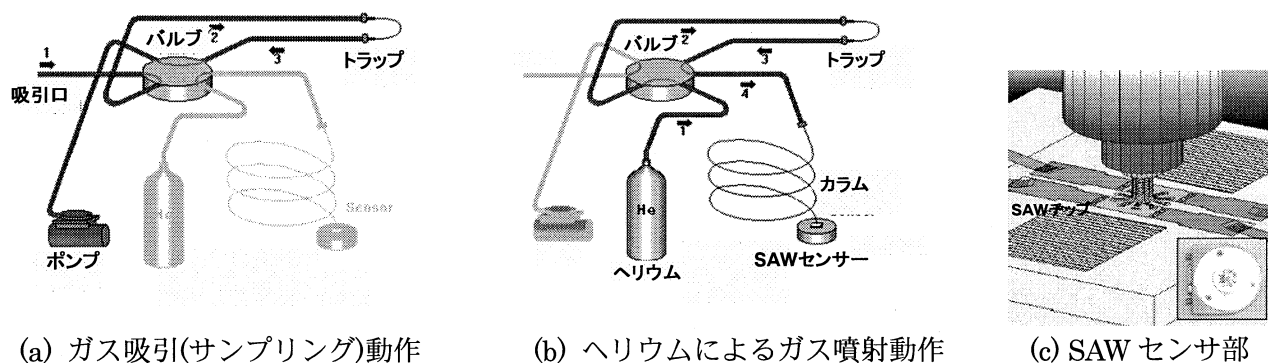


図 3. EST 社の SAW GC の原理

3. 新提案の SAW センサ装置

センサ・ネットワークのノードとして用いる SAW センサには、以下の条件が要求される。

- 1) 装置の小型化
- 2) 希薄なガスのセンシング
- 3) 超低消費電力での動作
- 4) 長時間の動作保証

EST 社、Vectron 社等の既存の SAW センサ装置では、SAW 遅延線からの出力信号を増幅して再び入力側へ帰還することにより発振器を構成する。センシングする微量分子以外では、SAW 発振器の発振周波数の変化は許されない。従って、圧電基板は温度特性の良い水晶基板に限られている。水晶基板は、温度特性は良いが圧電効果は弱く、電気信号との変換効率も低いため、遅延線の損失も大きい。そのた

め、図4の帰還増幅器の利得も大きくする必要があり、電力消費も大きい。また、センサ出力が発振周波数の変化となるため、この変化をモニタする回路も必要である。

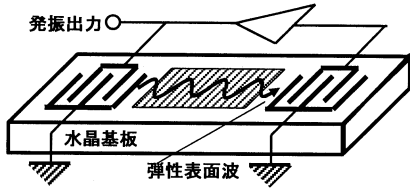


図4. 帰還増幅器を用いた発振器型 SAW センサ

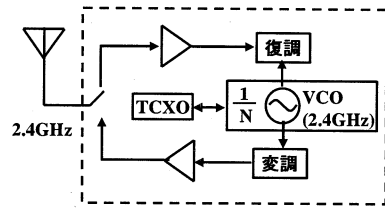


図5. ZigBee のノードブロック図

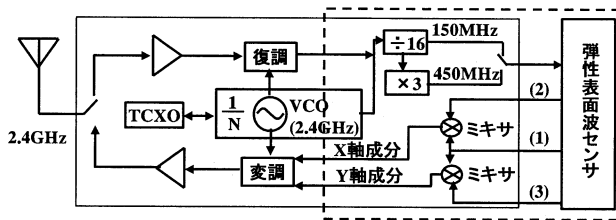


図6. ZigBee をベースにした新 SAW センサ装置

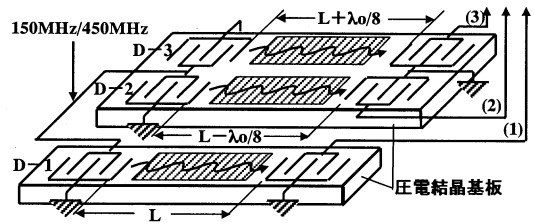
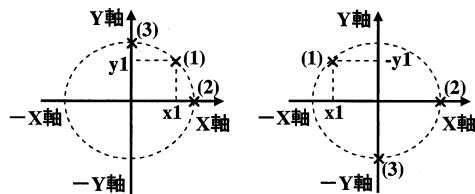
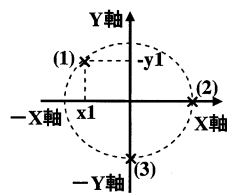


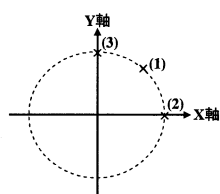
図7. 図6. のセンサ部(D-1はセンサ用SAW遅延線、D-2、D-3は基準位相生成用SAW遅延線)



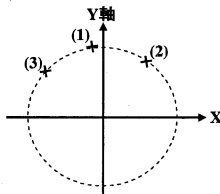
(a) 基本波の位相



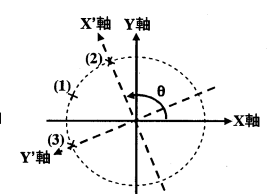
(b) 3倍波の位相



(a) 室温での位相



(b) 温度が上昇時



(c) 新座標軸 X', Y'

図8. 各出力(1)(2)(3)の位相関係

図9. 温度に対する各遅延線の出力の位相関係

センサ・ネットワークでは、標準化が進んでいる2.4GHz帯のZigBeeを無線媒体として用いる[12]。センサ・ネットワークの各ノードは、図5に簡略化したブロック図を示すように、TCXO (Temperature-Compensated X'tal Oscillator: 温度補償型基準発振器)にロックした2.4GHz帯のVCO (Voltage-Controlled Oscillator: 電圧制御発振器)等で構成され、これ等が送信信号の生成と受信信号の復調に用いられる。従来のSAWセンサの問題点を明確にし、ZigBeeをネットワーク媒体とするセンサ・ネットワーク内に、センサ・ノードとして導入可能な低消費電力で高性能なSAWセンサ装置を提案した。

本提案の特徴(i)は、従来のSAWセンサと異なり、ZigBeeの2.4GHzの信号をベースとして用い、センシングを行う。すなわち、従来のような固有のSAW発振器は必要としない。図6に例を示すように、ZigBeeの無線回路内で生成する2.4GHzの信号を用い、分周あるいは逡倍することによって得られる信号でセンシングを行う(図6では、16分周で150MHz、その3逡倍で450MHzを得ている)。これにより、装置を大幅に簡素化出来、小型・低消費電力化が要求されるセンサ・ノードでも用いることが可能になる。

提案の特徴(ii)は、基本波と3倍波の両方を用いてセンシングすることで、精度の高いダイナミックレンジの広いセンサを実現する。センシング分子が非常に微量の場合は、3倍波(図6では450MHz)を用い高い感度でセンシングする。分子濃度がある程度高い場合は、基本波(図6では150MHz)へ切り換えることで、大幅に精度の高かつダイナミックレンジの広いセンシングを可能にする。

提案の特徴(iii)は、本SAWセンサでは、圧電基板として水晶以外の基板を用いることを可能にする。これにより、従来と異なり、温度特性は良くないが圧電効果の強い、すなわち、変換効率の高い基板も採用出来る。かつ、センシングすべき微量分子と結合し易い相性の良い基板の採用も可能となり、センサとしての用途も非常に広げることが出来る。

特徴(i), (ii), (iii)は、以下の考えに基付いて提案したものである。図6のセンサ部を図7に示す。150MHzの基本波の入力に対して、出力(1)、(2)、(3)が得られる3ケのSAW遅延線D-1、D-2、D-3を用いる。D-1の入出力トランスデューサ間はLで、D-2、D-3はそれぞれ $L-\lambda_0/8$ 、 $L+\lambda_0/8$ (ここで、 λ_0 はSAWの

波長)である。したがって、出力(1)、(2)、(3)の位相関係は、出力(2)の位相をゼロ(X軸上)と仮定すると、図8(a)に示すようになる。出力(3)は、D-2とD-3の入出力トランスデューサ間が、 $\lambda_0/4$ だけ異なることより、理想的には $\pi/2$ だけ位相が遅れY軸上となる。出力(1)は、(2)と(3)の中間に位置する。出力(1)のX軸成分およびY軸成分は x_1 、 y_1 である。図6のブロック図で、ミキサ(混合器)の性質より、出力(1)と(2)のミキサ出力からはX軸成分、すなわち x_1 が、出力(1)と(3)のミキサ出力からはY軸成分、すなわち y_1 が得られる。D-2、D-3は基準位相を生成する遅延線として外気から遮断する。D-1をセンシング用素子として用いると、微量分子との結合により出力(1)の位相は、図8(a)の(1)の位置からずれるが、このずれ量は微量分子の濃度に比例する。また、位相のずれ量はミキサ出力 x_1 、 y_1 でモニタ出来るため、従来のSAWセンサのような発振器を構成する必要はない(特徴(i))。

温度に対する出力(1)、(2)、(3)の位相の変動は、全て同一の条件のため、ミキサ出力には互いに打ち消しあって表れない。すなわち、本提案の構成はSAWの温度特性は互いに打ち消し合う自己温度補償機能を有しており、用いる基板の温度特性は特に考慮する必要はない(特徴(iii))。

一般に、SAWを励振する櫛の歯状のトランスデューサは、原理的には基本波と3倍波を励振することが出来るが、励振効率や位相の関係等に課題がある。種々の工夫により、図7の各入出力トランスデューサが3倍波(図7の例では450MHz)も効率良く励振出来るとすると、3倍波に対する各出力の位相関係は、図8(b)に示すようになる。すなわち、同様に出力(2)の位相をゼロ(X軸上)と仮定すると、出力(3)は理想的には $3\pi/2$ (-Y軸上)となる。これは、図6のミキサ出力で y_1 のみ符号を反転すれば、基本波に対する議論と同様の議論がそのまま成立することを表している。3倍波に対しても同様のセンサの構築が可能であり、しかも、波長が基本波の3分の1のため、センシング感度を3倍にすることが出来る(特徴(ii))。

基本波の出力(1)、(2)、(3)に対して、図9(a)に示すような位相関係が得られる。一般に、SAWの速度は、温度に対して負の温度係数を持っており、高温ほど速度が遅くなる。図9(a)は、室温状態とすると、温度が上昇すると図9(b)に示すように、位相が遅れるため左回りに回転する。この回転量は、温度に比例するため、さらに温度が上昇すると図9(c)に示すようにさらに回転する。しかし、これら温度による寄与は、3ヶの波遅延線D-1、D-2、D-3全てに対して同等である。図9(c)の角度 θ だけ回転させた新たな座標軸、X'軸とY'軸を想定すると、各出力の位相の相対関係には変化は無いと考えられる。遅延線D-2、D-3の出力(2)、(3)の位相を基準として、遅延線D-1のセンサ出力(1)の相対位相のみを求める本センサでは、温度特性は互いに打ち消し合う自己温度補償機能を有していると言える。これが、本提案の特徴(iii)の根拠であり、従来の水晶基板に代わって、任意の基板を採用出来る裏付けでもある。

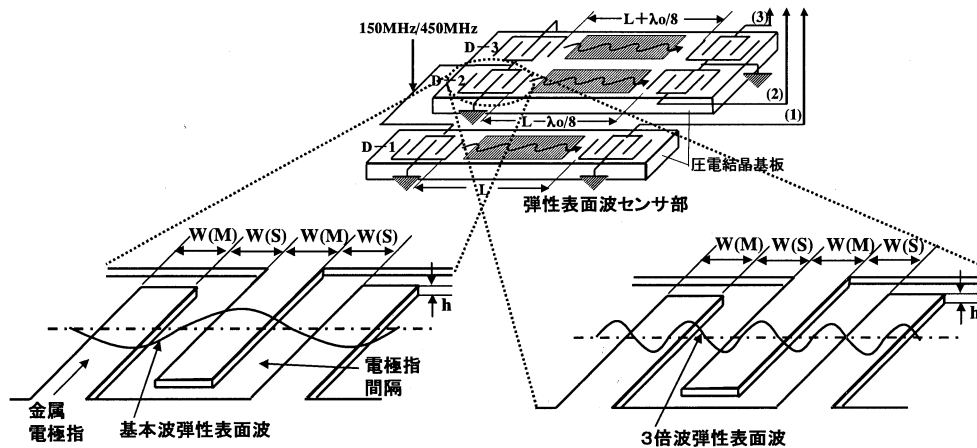


図10. SAWセンサとトランスデューサ部の拡大

4. 励振用トランスデューサの考察

SAWガス・センサで既に実績のあるEST社のガス・クロマトグラフィでは、図3に例を示したように、高精度化のためにセンサ部以外でも多くの処理を行っている。センサ・ネットワークのセンサ・ノードのように非常に低消費電力で長時間の動作が要求されるにも関わらず、野外を含めた過酷な条件で使用される場合は、EST社のガス・クロマトグラフィと同等の性能を要求することは難しい。しかし、温度条件、センシングガス濃度の変動幅等を考慮すると、ダイナミックレンジの広いセンサは大きなメリットと考えられる。従来の帰還発振回路型のSAWセンサでは実現出来ない、基本波と3倍波を併用することでダイナミックレンジを大幅に拡大する可能性を検討した。

図10左下に拡大して示すように、各々の電極指の幅 $W(M)$ はおおよそ $\lambda_0/4$ で、電極指間の間隔 $W(S)$ もおおよそ $\lambda_0/4$ に設定するのが従来のSAW励振用トランスデューサの設計である。センサには、図7または、図10の上图に示すように入力トランスデューサと出力トランスデューサの間隔が、Lの遅

延線D-1、 $L-\lambda_0/8$ の遅延線D-2、 $L+\lambda_0/8$ の遅延線D-3を用いる。本提案では、D-2とD-3は基準位相を定め、この位相を基準にセンサ出力(1)の位相を求める。したがって、D-2とD-3は入出力トランスデューサ間の位相関係が非常に重要であり、それ等の位相差は正確に $\pi/2$ となる必要がある。

次に、3倍波の励振を考察する。図10右下に示すように、3倍波の波長 $\lambda_0^{(3)} = \lambda_0/3$ に比べて電極指幅 $W(M)$ 、電極指間隔 $W(S)$ は、共に相対的に非常に大きい。さらに、金属電極指の厚さ h の影響も基本波に比べ大きくなる。3倍波は、基本波より励振効率が基本的に低いと考えられるため、遅延線D-2、D-3の出力(2)、(3)の振幅も基本波に比べ小さくなる。これらの出力の振幅と位相を基準に、遅延線D-1よりなるセンサの出力(1)のX軸およびY軸成分を求めると、図8(b)の x_1 、 y_1 自身も小さくなり、十分なS/N(Signal/Noise: 信号対雑音比)が確保出来ない場合が生ずる。特に温度が高くなると、系全体の損失も大きくなるため、重要な課題である。3倍波の励振効率が十分大きい、新しいSAW励振用トランスデューサ構造の設計が必要である[15]。

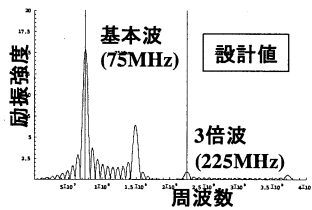


図 11. パターン 1($W(M)=W(S)=13\mu\text{m}$) トランスデューサの励振特性(設計)

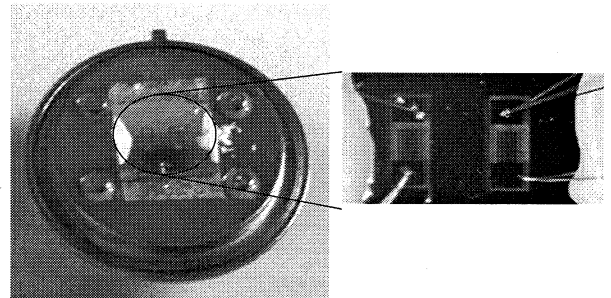
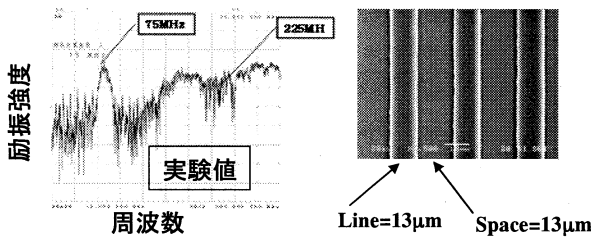


図 12. SMBC での試作素子



(a) 周波数特性 (b) 拡大写真
図 13. パターン 1 の測定結果

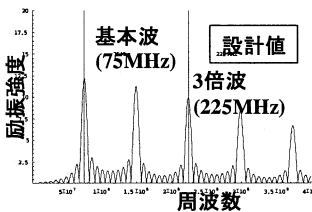


図 14. パターン 2($W(M)=5\mu\text{m}$, $W(S)=21\mu\text{m}$) トランスデューサの励振特性(設計)

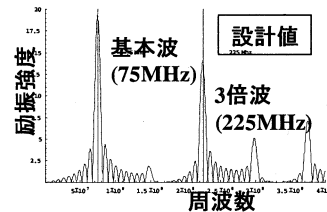
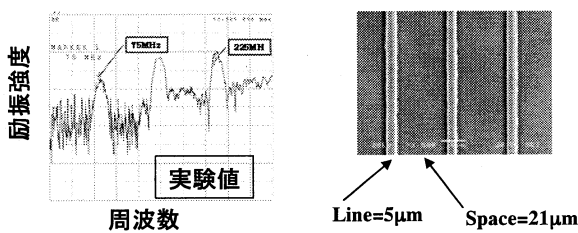
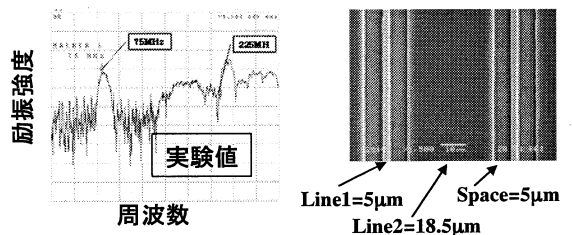


図 16. パターン 3($W(M)=5\mu\text{m}/18.5\mu\text{m}$, $W(S)=5\mu\text{m}$) トランスデューサの励振特性(設計)



(a) 周波数特性 (b) 拡大写真
図 15. パターン 2 の測定結果



(a) 周波数特性 (b) 拡大写真
図 17. パターン 3 の測定結果

5. トランスデューサの設計とプロト試作

基本波と3倍波の励振が両立するトランスデューサ構造の検討を以下の手順で行った。(1)シミュ

レーションによる設計、(2)本学SMBCのMEMS用プロセス装置を用いたプロト試作と評価。図11に一般的なトランスデューサである、図10の電極指幅 $W(M)$ と間隔 $W(S)$ が等しい場合(これをパターン1と呼ぶ)のシミュレーション設計結果を示す。基本波に対して3倍波の励振はほとんどゼロであることが分かる。図12にSMBCの装置を用いた試作素子の写真を示す。約 1cm^{ϕ} のTO-8と言われる金属パッケージ上に素子を実装した。圧電基板は 128°Y カットX伝搬 LiNbO_3 を用い、基板厚は 0.35mm である(山寿セラミック(株)製)。図13(b)にパターン1の試作素子拡大写真を示す。 $W(M)=W(S)=13\mu\text{m}$ である。図13(a)に試作素子の測定結果を示す。基本波周波数は 75MHz 、3倍波周波数は 225MHz である。シミュレーションから予測されるように3倍波の励振はほぼゼロで、本研究の目的には、従来型のトランスデューサは採用出来ないことが分かる。

図14に、図15(b)に素子の拡大写真を示す、電極指を微細化し $W(M)=5\mu\text{m}$ 、 $W(S)=21\mu\text{m}$ とした場合(パターン2)のシミュレーション結果を示す。図15(a)にパターン2の測定結果を示す。図16に、図17(b)に素子の拡大写真を示す、電極指の微細化($W(M)=5\mu\text{m}/18.5\mu\text{m}$)と狭間隔化($W(S)=5\mu\text{m}$)を組み合わせた場合(パターン3)のシミュレーション結果を示す。図17(a)に測定結果を示す。パターン2、3共に3倍波が大きく励振されているが、パターン2の場合は基本波の励振が減少する結果となった。総合的に判断すると、現時点ではパターン3が本研究の目的に向いた構造であるとの結果を得た。

以上のシミュレーション設計とプロト試作結果を基に、今後はさらに励振効率の良い電極構造を検討する。また、これ等を用いて実際のセンサとしての基本動作の確認を行って行く予定である。

6. 結言

移動通信の進歩に伴い、次世代の小規模インフラ的な位置づけとして提案されているセンサ・ネットワークの家庭やオフィスへの適用を目指した研究を行っている。燃料電池自動車の水素漏洩や環境汚染物質等のセンシングに関する検討を行った。SAWを用いた新構造のセンサ装置を提案し、センサ・ネットワーク用のセンサ・ノードとして適用の可能性を示した。本学SMBCのMEMS用プロセス装置を用いてプロト試作を行い、本センサの特徴の一つである基本波と3倍波の励振が両立するトランスデューサの条件が存在することを示した。今後、さらに設計、試作、評価を進めると共に、温度特性、センサとしての基本動作の検討も行う予定である。

文献

- 1) 豊田, “センサネットワークを活用した環境モニタリング,” 信学誌, Vol. 89, no. 5, pp. 419-423, 2006.
- 2) Intel, HP, “Intel Mote, Sensor Nets / RFID,” (<http://www.intel.com/research/exploratory/motes.htm>).
- 3) 2007 Crossbow Technology Inc. HP, “Solutions for Wireless Network,” (<http://www.xbow.com>).
- 4) 森、野口、佐藤, “センサネットワークと生活行動,” 信学誌, Vol. 89, no. 5, pp. 430-435, 2006.
- 5) 工学院大学研究室 HP, (<http://www.ns.kogakuin.ac.jp/~wwa1022/>).
- 6) G. Watson, H. Worton, and E. J. Staples, “Gas chromatography utilizing SAW sensors,” in IEEE Ultrason. Symp. Proc., 1991, pp. 1991-1995; E. J. Staples, “Dioxin / Furan detection and analysis using a SAW based electronic nose,” in IEEE Ultrason. Symp. Proc., 1998, pp. 521-525.
- 7) Electronic Sensor Technology HP, “Chemical sensor for the 21st century,” (<http://www.estcal.com/>)
- 8) K. Yamanaka, S. Ishikawa, N. Nakaso, N. Takeda, T. Mihara, and Y. Tsukahara, “Ball SAW device for hydrogen gas sensor,” in IEEE Ultrason. Symp. Proc., 2003, pp. 299-302.
- 9) 谷津田、奈良、小貝、愛澤、黒澤, “STW素子を用いたガスセンサの検討,” 2005年EMシンポジウム講演論文集, pp. 69-72, 2005.
- 10) 塩川、近藤, “弾性表面波マイクロセンサ,” 信学論 (C-I), Vol. J78-C-I, No. 11, pp. 573-579, 1995.
- 11) 例えば、野村、齋藤, “弾性表面波による多チャンネル化学センサ,” 信学技報, Vol. US2006-73, pp. 43-46, 2006等.
- 12) IEEE Standard 802.15.4: Wireless Medium Access Control (MAC) and Physical Layer (PHY) Specifications for Low Rate Wireless Personal Area Networks (LR-WPANs), 2003.
- 13) “ZigBeeの普及団体ZigBee SICジャパンの設立準備を開始 —三菱電機など10社が参加—,” EDN Japan, p.20, 平成17年4月
- 14) Vectron International HP, “VECTRON acoustic sensors,” (<http://www.vectron.com/products/visensors/landing.html>).
- 15) K. Minami, K. Takimoto, Y. Hiraizumi, and M. Hikita, “Study of Novel SAW Gas Sensor for Sensor Network,” in Proc. of Symp. on Ultrasonic Electronics, Vol. 28, 2007, pp. 99-100.

小テーマ 1.3 マイクロバイオデバイスの開発 – Ni-Ti 形状記憶合金 –

木村 雄二 (工学院大学 工学部)

森田 真史 (埼玉大学 工学部)

山内 清 (東北大学 先進医工学研究機構)

1. 研究の背景と目的

人体内に埋植される医用・生体材料は、生体内で繰り返し荷重が負荷されるという苛酷な腐食、疲労環境下において十分な耐食性を有し、長期間にわたって力学的特性等が維持されなければならない宿命にある。したがって、同材料の医用デバイスとしての信頼性を総合的に検証するためには、腐食、摩耗、耐久性などの材料学および物理化学的な特性評価試験を行うことに加えて、溶出イオンや摩耗粉等が細胞や生体におよぼす影響などに着目した生物学的、医学的な検討を行わなくてはならない。機械工学、化学工学、生物工学および基礎医学にまたがる広範な分野における検討が不可欠になる。金属材料は強度、加工性の面で優れているが、固定素子の接触部、人工股関節摺動部などの摩耗により生じる摩耗粉やそこから体内に溶出する金属イオンなどが人体に与える影響が懸念されている。

Ni-Ti 形状記憶合金 (以下 Ni-Ti 合金) は低温でマルテンサイト相になり、オーステナイト相で元の形状に戻り、剛性を増す。また、超弾性領域では塑性変形することなく通常の金属の弾性変形の数倍の変形挙動を示す。このように従来使用されていた生体用金属材料にはない機能を有するため胸部外科材料や歯科材料として臨床応用されている。^{1)~5)}しかしながら、整形外科の分野では Ni の有する発ガン性やアレルギー反応が懸念されており臨床例はない。

そこで本研究では、生体への適合性の観点から、特に Ni の毒性の有無について徹底的に検証する必要があるとの認識のもと以下に示す種々の項目について検討を加えた。

2. Ni-Ti 形状記憶合金の生体適合性の評価および腐食進展挙動の評価

2.1 はじめに

Ni-Ti 合金、Ti-6Al-4V 合金、SUS316L ならびに Pure Ni を用いて各材料の腐食進展挙動を把握する為にアノード分極測定を実施した。また vitro 系の実験として腐食生成物をマクロファージ (以下 MΦ) に投与し、細胞膜から逸脱した乳酸脱水素酵素 (lactic dehydrogenase 以下 LDH) の活性値を測定することにより求めた細胞膜損傷度と同時に MΦ の産出するサイトカインを定量し、金属材料の腐食生成物が細胞へ与える影響を詳細に把握した。Vivo 系の実験では、供試材料をラット大腿骨の骨膜表面に埋植して骨周辺組織の形態学的観察を行ない骨組織への適合性を評価した。これらを通じて、Ni-Ti 合金の生体適合性を評価し整形外科領域で臨床応用できるか否かを判断することを本章の目的とした。

2.2 供試材料および実験方法

供試材料は化学成分を Table 1 に示す Pure Ni、Ni-Ti 合金および従来より使用時実績のある SUS316L 合金、Ti-6Al-4V 合金である。全ての供試材料は表面の酸化皮膜除去を目的とした酸洗いおよび電解研磨を施した。埋植試験には径 1mm 長さ 15mm に加工した Pure Ni、Ni-Ti 合金、SUS316L 合金を用い、120℃で蒸気圧滅菌後に行なった。

Table 1 Chemical composition of material used (wt%).

	Ti	Ni	Al	V	Fe	C	Cr	Mo
Pure Ni	—	99.9	—	—	—	—	—	—
SUS316L	—	12.2	—	—	Bal	0.01	16.3	2.10
NiTi alloy	44.4	55.6	—	—	—	—	—	—
Ti-6Al-4V alloy	Bal	—	6.00	4.00	0.25	0.08	—	—

耐食性の把握は、環境溶液として温度 37℃の乳酸リンゲル溶液を用い、対極には Pt 電極、参照電極には飽和カロメル電極を用いた 3 電極方式にて、電気化学測定システムを使用してアノード分極測定により実施した。測定条件は JIS G 0579 を参照に、掃引速度

20mV/min、掃引電位は-1000mV から 3000mV とし、溶存酸素を一定にするため N₂ ガスによって脱気を行いながら測定した。

2.3 結果の概要

アノード分極測定による生体用金属材料の耐食性評価

アノード分極測定を実施した結果を Fig. 1 に示すが、Ni-Ti 合金は Ti-6Al-4V 合金より耐食性は劣るが整形外科領域で使用できる程度の耐食性を示すことが明らかとなった。

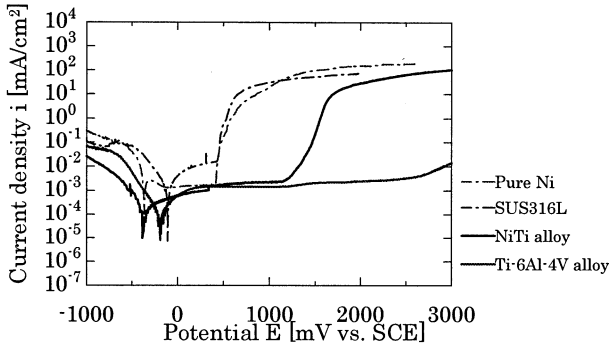


Fig. 1 Polarization characteristics in lactated ringer's solution.

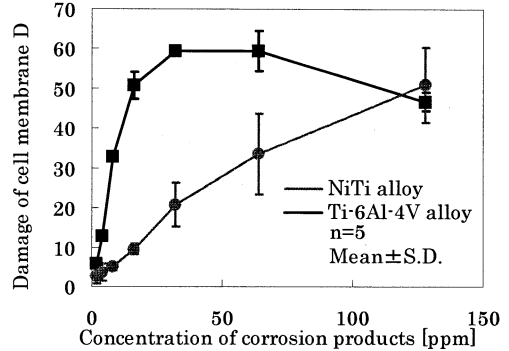


Fig. 2 Influence of materials difference on the damage of cell membrane

細胞膜損傷試験および hIL-1β の定量結果

Ni-Ti 合金および Ti-6Al-4V 合金の各濃度の腐食生成物に対する細胞膜損傷度 D の値を Fig. 2 に示す。これらの結果から、Ni-Ti 合金および Ti-6Al-4V 合金の腐食生成物が MΦ の細胞膜に与える影響は、Ni-Ti 合金の場合には Ti-6Al-4V 合金のそれに比べ良好な適合性を示すことが明らかとなった。次に Ni-Ti 合金および Ti-6Al-4V 合金の各濃度の腐食生成物に対する MΦ (U937) の hIL-1β 産生量を Fig. 3 に示した。同図より、Ni-Ti 合金の腐食生成物に対する MΦ の hIL-1β 産出量は Ti-6Al-4V 合金のそれと比べ、全体的に低い値を示した。腐食生成物の濃度が 32ppm のとき Ti-6Al-4V 合金の腐食生成物に対する MΦ の産出する hIL-1β の産出量は 155.8 ± 32.0 pg/ml であるのに対し Ni-Ti 合金では、 43.5 ± 8.2 pg/ml と低い値を示した。

したがって hIL-1β 産生量の観点からも、Ni-Ti 合金および Ti-6Al-4V 合金の腐食生成物

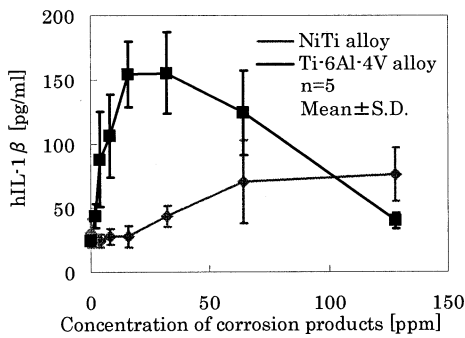


Fig. 3 Dependency of hIL-1β value upon the concentration of corrosion products.

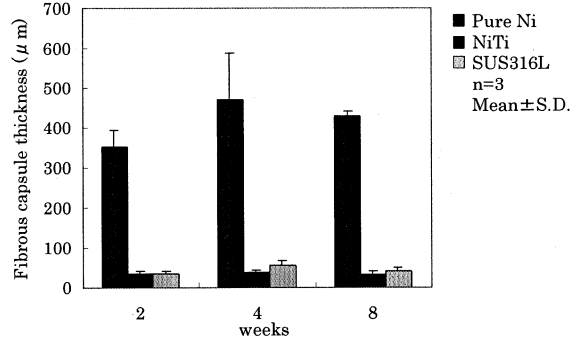
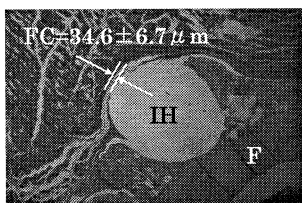
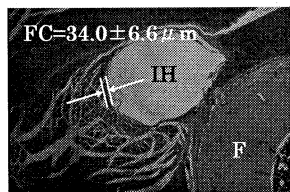


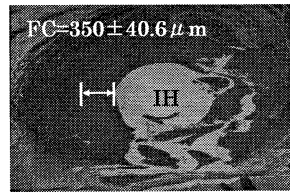
Fig. 5 Dependency of fibrous capsule thickness upon materials and implantation period.



(a) NiTi alloy



(b) SUS316L



(c) Pure Ni

IH=Holes left by removed implants
F=Femur.
FC= Fibrous capsule.

500μm

Fig. 4 HE imagines of femur after 2weeks implantation.

が MΦ に与える影響は、Ni-Ti 合金の方が Ti-6Al-4V 合金に比べ良好な適合性を示すことが明らかとなった。

Ni-Ti 合金の大腿骨周辺組織への適合性の評価

Ni-Ti 合金と Pure Ni および SUS316L の埋植 2 週間後における材料の周辺組織を Fig.4 に示す。Pure Ni の周辺には異型細胞や炎症所見が観察され周囲組織が激しく炎症反応を示しているのが確認でき、材料と骨膜の界面には骨吸収像が認められた。Pure Ni の周辺に形成された線維性皮膜の厚さは $350 \pm 40.6 \mu\text{m}$ と非常に厚く生体内における炎症反応は極めて高いことが明らかとなった。それに対し Ni-Ti 合金の周囲には炎症所見、変性、異型細胞は観察されなかった。また、材料の周囲に形成された線維性皮膜の厚さは $34.6 \pm 6.7 \mu\text{m}$ であり、整形外科用材料として広く用いられている SUS316L の線維性皮膜の厚さ $34.0 \pm 6.6 \mu\text{m}$ と同程度の値を示した。また、一部の組織では Ni-Ti 合金のほうが SUS316L より僅かであるが骨形成の進行程度で良好な適合性を示す結果が得られた。Fig.5 に各種材料の埋植期間ごと形成される線維性皮膜の厚さを示した。

以上の結果から Ni は元素単体では強い毒性を示すが、Ni-Ti 合金の表面には良好な耐食性を示すチタン系酸化物が形成され金属が化学的に安定なものになっていると考えられ、そのため Ni の溶出量が抑制され良好な生体適合性を示すことが明らかとなった。

3. 生体金属材料摩耗粉による細胞毒性と免疫性細胞による腐食の促進

3.1 はじめに

関節機能が損傷を受けた場合、人体の関節部と同等な関節機能に代替する人工関節置換などの治療法が多く見られる。その中でも、人工股関節は、体重の 3~5 倍もの高荷重がかかる部分の生体代替材料には金属材料が用いられる事が多い。しかしながら、Socket と Head の摺動部分や、Stem と Bone 接触部分で生成される微小摩耗粉や、使用されている金属材料からの溶出イオンが人体に与える影響が懸念されている。また、微小摩耗粉は、同じ体積の Plate と比べると表面積が多くなりそこからの金属溶出イオン量も格段に増加する。金属材料に対して生体にとっての安全面で最も重要なのは金属溶出イオンを抑制すること、すなわち耐食性である。しかし、体内は金属材料には塩化物イオンの存在や溶存酸素濃度が低いなど過酷な環境となっている。本研究では、現在使われている生体代替用金属材料を中心に人工股関節の摺動部分などの摩耗を想定し、そこから発生する摩耗粉や金属材料からの溶出イオンの細胞毒性を擬似生体環境内において比較検討することを目的とした。

3.2 実験方法

本研究では、ヒト由来マクロファージ(以下 MΦ)を使用した。体内の異物や老廃物を体内に取り込み分解消化(貪食)する細胞である。MΦ を細胞密度、 5.0×10^5 cell/ml に調節した。ここに、各供試材料を任意の濃度に調節した溶液を 1ml 投与した。投与後、 37°C 、 $5\% \text{CO}_2$ の環境下のインキュベータ内で 48hour 実験を行った。

供試材料として、生体代替材料として汎用されている SUS316L 鋼の構成主要成分である Pure Ni、Pure Cr、Pure Mo、Ti-6Al-4V 合金の構成主要成分である Pure Ti、Pure Al、Pure V の粉末を選定し、MΦ が貪食することができると報告されている粒径が $10 \mu\text{m}$ 以下のものを使用した。同時に、MΦ への粒子による物理的な刺激及び粒径依存性を検討するために金属イオンが溶出しない蛍光ビーズも使用した。同粒径は $0.75 \mu\text{m}$ 、 $4.5 \mu\text{m}$ 、 $10 \mu\text{m}$ の 3 種類とした。

3.3 合金を構成する主要な純金属粉末および蛍光ビーズの MΦ への影響

細胞共存による純金属粉末からのイオン溶出の加速

各供試材料粉末を任意の濃度を変化させたものを MΦ に加えた。細胞共存有無の環境下で各純金属の溶出イオン濃度を定量した結果、各純金属ともに細胞が共存した場合、合金同様に金属イオンの溶出が増える傾向が見られた(Fig. 6)。溶液中では TiO_2 の不動態皮膜形成により Ti イオンを溶出しにくい純 Ti においても他の金属と同様に溶出イオンが増加していることから、細胞の貪食により金属粉末の腐食が促進されることが示された。特に MΦ の貪食によって純 Ti の溶出イオンがほかの金属粉末に比べて大幅に増加していることがわかった。

純金属粉末及び蛍光ビーズによる細胞膜損傷度評価

各供試材料の濃度を変化させ MΦ に加え遊離 LDH 測定による細胞膜損傷度を測定しこの結果を Fig. 7 に示した。同図から、Ni の細胞膜損傷度が特に高かった。これは、Ni イオンの溶出自体が多かったことと、細胞毒性が他の金属イオンに比べ Ni イオンが強いことによるものだと考えられる。今回の実験では、溶出イオン量が多かった Mo においては細胞膜損傷度が低かったことから、Mo イオンの細胞毒性は低いことが考えられる。Fig. 7 より、溶出イオンが発生しない粒子(蛍光ビーズ)においても生体内においては異物と認識され、金属イオンの溶出がなくても粒子の存在自体により、ある程度の細胞毒性があることが明らかとなった。しかしながら、蛍光ビーズの粒径が変化しても細胞膜損傷度にあまり変化が見られなかった。

これらの結果から、金属イオンが溶出しない蛍光ビーズ場合、細胞膜損傷度が低いことがわかった。このことから、金属粉末による細胞膜損傷度は物理的的刺激よりも溶出金属イオンに依存していることが示された。

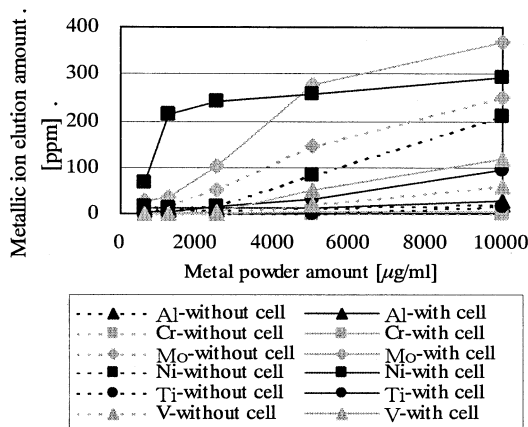


Fig. 6 Metallic ion elution with and without cell measurement by ICP

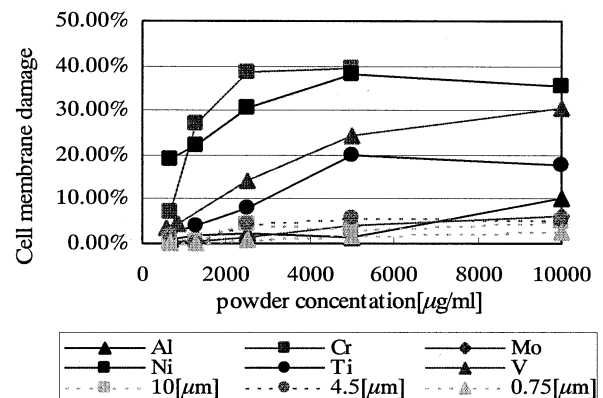


Fig. 7 Influence of metallic powder and fluori bead upon cell membrane damage

4.Ni-Ti 合金の TiO₂ 薄膜形成による表面改質と擬似生体環境下における耐食性評価

4.1 はじめに

Ni-Ti は Ni と Ti の原子比が約 1 : 1 の金属間化合物であり、発癌性やアレルギー反応が懸念される Ni 元素を多量に含んでいる。そのため、数多くの優れた特性をもちながら、生体内への積極的な応用は難しいとされている。そこで、積極的な実用化に向け、Ni の溶出を防ぐ Ni-Ti 合金の表面改質法を確立する必要がある。

Ni-Ti 合金の表面に密着性の高い薄膜を形成する表面改質を行い、改質法を確立することで、医療分野への Ni-Ti 合金の積極的な適用につなげることを目指す。

4.2 実験方法

供試材料には、Ni-Ti 合金の板状試験片 (11.5 mm×11.5 mm×2.5~3.5 mm) を用い、エメリー研磨(#320~#3000)を行なった後、アルミナ粉末(0.3 μm)を用いてバフ研磨を行い鏡面に仕上げ、必要に応じて、最後に電解研磨を行った。その後、大気中酸化、直流反応性スパッタリング法を用いて TiO₂ 膜を形成させた。大気中酸化は大気雰囲気中の電気炉、Table 2 に示す加熱温度と加熱時間を変えた 4 種類のサンプル(A1-A4)を用意した。直流反応性スパッタリングではターゲットに Ti、反応性ガスに O₂ を用い、印加電力 200W、酸素流量を 10 sccm に固定し、Table 2 に示すようにアルゴン流量を変えた 3 種類のサンプル(S1-S3)を用意した。AFM, XPS, FE-SEM, XRD を用いて膜厚、状態分析、深さ方向分析、表面形態を調査し、薄膜の評価をおこなった。耐食性の向上を測定するため、三電極方式の電気化学装置を用いた。擬似生体環境中(乳酸リンゲル液・310k・掃引速度 20mV/min・掃引電

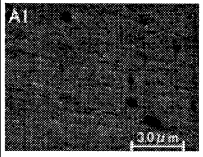
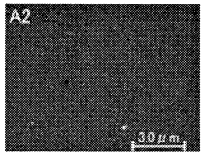
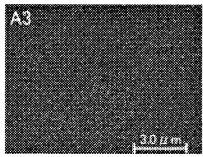
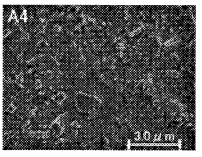
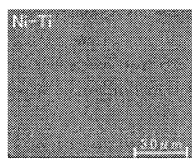
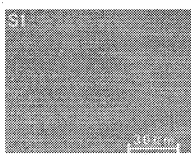
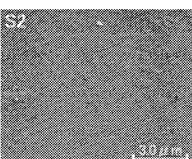

位 -1V~2V、JIST0302) での不働態保持密度、不働態保持電位領域を中心に調査した。

4.3 結果の概要

SEM, XPS, XRD ならびに FIB による薄膜の解析

Table 2 に XPS および XRD による薄膜の定性分析の結果ならびに表面形態を示す。

Table 2 Characterization of Air oxidized(A) and Sputtered(S) thin films by SEM, FIB and XRD

<i>Surface morphology (FE-SEM)</i>					
	<i>Specimen</i>	A1(673K-30min)	A2(773K-30min)	A3(773K-60min)	A4(1073K-30min)
	<i>Film thickness</i>	5~15nm	80~90nm	120~130nm	2000nm~
	<i>Film Structure</i>	Anataze	Anataz & Rutile	Rutile	Rutile
<i>Surface morphology (FE-SEM)</i>					
	<i>Specimen</i>	Ni-Ti	S1(Ar5sccm)	S2(Ar20sccm)	S3(Ar50sccm)
	<i>Film thickness</i>	----	60~70nm	70~80nm	95~105nm
	<i>Film structure</i>	----	Anataze	Anataze	Anataze

反応性スパッタリング法による TiO₂ 膜の耐食性の改善

作製された膜厚を FIB による加工から測定したところ 60 nm~105 nm であった。

Fig. 8 に反応性スパッタリングにより表面改質を施した Ni-Ti 合金の 310K 乳酸リング

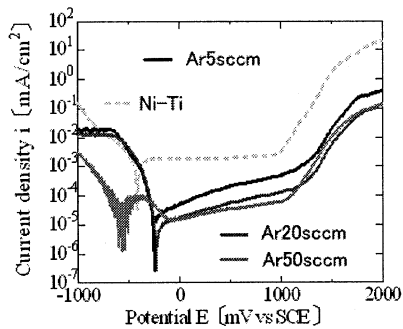


Fig. 8 Polarization curves of surface modified Ni-Ti alloy (Reactive sputtering) in Lactic Ringer's Solution of 310K

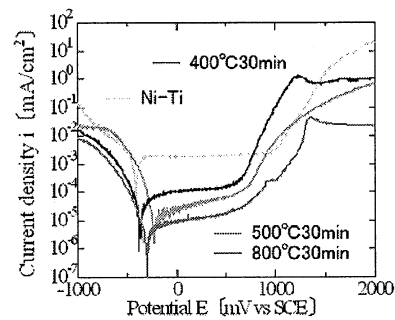


Fig. 9 Polarization curves in air oxidized Ni-Ti alloy in Lactic Ringer's Solution of 310K

ル溶液環境下における分極曲線を示す。反応性スパッタリングの分極曲線から不働態保持電流密度がバージン材よりも大幅に低下したことが確認でき、耐食性の向上が見られた。また、Ar 流量が増大し、膜厚が増大するにつれて耐食性の向上が見られた。不働態領域もバージン材より長くなり、より長期間での生体内での使用が可能になったと考えられる。膜厚が 100nm を超えると大幅な耐食性の向上は見られなくなった。

大気中酸化による TiO₂ 膜の耐食性の改善

Fig. 9 に示した大気中酸化による表面改質材の分極曲線から、不働態保持電流密度が未処理材よりも大幅に低下したことが確認でき、耐食性の向上が見られた。処理温度が増大し、膜厚が増大するにつれて耐食性の改善が見られた。耐食性は結晶構造よりも膜厚に依存することが考えられる。しかし、不働態領域の広さは未処理材とほぼ同等であり、膜厚が 100nm を超えると大幅な耐食性の向上は見られなくなった。

5. 研究の総括

Ni-Ti 合金は Ti-6Al-4V 合金より耐食性は劣るが整形外科領域で使用される SUS316L 合金より良好な耐食性を示すことから、整形外科領域で使用可能と思われる程度の耐食性を示した。

In vitro 細胞試験結果より、Ni-Ti 合金の腐食生成物は MΦ の産出する hIL-1β の値が少なく、Ti-6Al-4V 合金の腐食生成物より良好な適合性を示すことが明らかとなった。逸脱 LDH 活性を測定することにより求めた細胞膜損傷度 D の値も Ni-Ti 合金の腐食生成物の方がむしろ低く MΦ の細胞膜に対して良好な適合性を示した。

生体内での炎症反応を把握するためラット大腿骨に Ni-Ti 合金、Pure Ni、SUS316L を埋植した結果、Ni-Ti 合金の周囲に形成された線維性皮膜は Pure Ni のそれと比べ薄く生体に対し低炎症性であり、Ni の溶出が抑えられていることが考えられる。また Ni-Ti 合金の周囲に形成された線維性皮膜の厚さは SUS316L のそれと比べ同程度の厚さであり同材料は整形外科で使用できる程度の適合性を有することが明らかとなった。

活性的な免疫細胞の共存が生体用金属の腐食の加速要因であること、その中でも貪食能をもつ MΦ は金属の腐食の大きな加速因子となることが示された。

TiO₂ 薄膜形成による Ni-Ti 合金の耐食性の改善の可能性が示された。今後は、血液適合性や薄膜の欠陥、密着性などの観点からも評価を行い、Ni-Ti 合金の表面改質法を確立し、Ni-Ti 合金の医療デバイスへの積極的な適用を目指す予定である。

6. 参考文献

- 1) F J. Gil and J A. Planell, "Shape memory alloys for medical applications", Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part H - Journal of Engineering in Medicine, 212[6], 1998, pp.473-88.
- 2) L Torrissi, "The NiTi superelastic alloy application to the dentistry field", Bio-Medical Materials & Engineering, 9[1], 1998, pp.39-47.
- 3) Eliades T. Eliades G. Athanasiou AE. Bradley TG, "Surface characterization of retrieved NiTi orthodontic archwires", European Journal of Orthodontics, 22[3], 2000, pp.317-326.
- 4) Brailovski V. Trochu F, "Review of shape memory alloys medical applications in Russia", Bio-Medical Materials & Engineering, 6[4], 1996, pp.291-298.
- 5) 繁田正信, 中本貴久, 中原満, 碓井亞, "骨盤骨折に伴う後部尿道完全断裂に対する形状記憶合金製尿道ステントの有用性", 泌尿器外科, 13[7], 2000, pp.929-932.

7. 成果の発表

1. Evaluation of Compatibility of Nickel-Titanium Shape Memory Alloy with Femur Surrounding Tissue, Transactions of the Materials Research Society of Japan, Vol.28[3], 2003-9, pp.853-856.
2. Yuji KIMURA et al., Evaluation of Corrosion Resistance and Biocompatibility of Ti-Ni Alloy, Proceeding of 10th World Conference on Titanium, Ti-2003, Vol. V, 2004, pp.3221-3228.
3. Keiko SUZUKI and Yuji KIMURA, Evaluation of Corrosion Resistance of Biomaterial Titanium Alloy and Formation of Biocompatible Calcium Phosphate Thin Film Using Electrochemical Method, Proceeding of 10th World Conference on Titanium, Ti-2003, Vol. V, 2004, pp.3323-3330.
4. Yuji KIMURA, Computer Methods and Experimental Measurements for Surface Effects and Contact Mechanics VII, Editors : J.T.M. De Hosson, C. A. Brebbia, S. Nishida, 2005, pp.3-11, WIT Press.
5. Yuji KIMURA et al., Evaluation of Biocompatibility for Titanium-Nickel Shape Memory Alloy in Vivo and in Vitro Environments, Materials Transactions, Vol.48[3], 2007-3, pp.352-360.
6. 昼間健史, 木村雄二, 森田真史, 繊維芽細胞の共存が金属系インプラント材料の腐食挙動に及ぼす影響, 第 6 回構造物の安全性および信頼性に関する国内シンポジウム JCROSSAR 2007 論文集, 2007-6, pp.441-446.
7. Yuji KIMURA et al., Surface Modification of Medical Ni-Ti Alloys through Forming TiO₂ Thin Film, Ti 2007 Science and Technology, Edited by M. NIINOMI, S. AKIYAMA, M. Hagiwara, M. Ikeda and K. Maruyama, The Japan Institute of Metals, Vol.2, 2007-12, pp.1549-1552.

1. 機能性マイクロ機械要素・デバイスの開発と特性評価

1.4 生体器官組織細胞の特性解析とマイクロバイオ材料の開発

藤江裕道（機械工学科教授）

関口 勇（機械工学科教授）

1. はじめに

我が国においては 60 歳以上の高齢者の半分以上が変形性関節症を患っていると言われている。これは靭帯損傷などの外傷に端を発する疾患で、発症時点では靭帯等機能の不全による関節の緩みの増大が起こり、時間経過とともに軟骨に変性が波及し、関節の軸受け機能が著しく低下して、いずれは関節運動を行うことができないくらいの不安定感や激しい痛みを引き起こす。このような靭帯と軟骨の損傷、変性に対し、さまざまな治療法が開発されてきた。その中のひとつの方法は、機能不全に陥った器官全体を人工物である人工関節に置換する手法である。人工関節は使用例数のもっとも多い人工臓器であり、股関節などではある程度の成果を挙げている。生体器官を人工物で代替するわけであるから、工学による他の所産と同じく、創造主である神に対する人間の挑戦である。もうひとつの方法は、生体から組織や細胞を取り出して何らかの処置を施し、患部に移植する組織再生工学的な手法であり、こちらは神に張り合うのではなく、その意向を伺いつつ進める作業である。

本小テーマでは、本研究プロジェクトが「マイクロ・バイオシステム」に関する研究であることから、特に「バイオ」の部分を意識し、人工関節と組織再生工学において、「マイクロ」と呼べる研究対象に焦点をあてた。すなわち、人工関節に使われる高分子材料のトライボロジー特性の解析と摩耗粉の生体組織への影響に関する研究、および幹細胞を含む生体材料を用いた靭帯や軟骨の再生に関する研究を行った。

2. マイクロバイオデバイス用高分子材料の開発と評価

超高分子量ポリエチレン（UHMWPE）は医用高分子材料のなかでも強度および潤滑性に優れた材料であり、人工関節のカップ側材料として使用実績がある。しかし、摩耗粉が生体内に蓄積されると炎症反応が誘発され、人工関節に緩みを生じさせる、いわゆるルーズニングを引き起こすという問題が指摘されている。UHMWPE をマイクロバイオデバイスに応用する際には、スケールが微小化する分、摩擦や摩耗などのトライボロジー特性の問題が益々大きくなると考えられる。この問題に対処するためには、UHMWPE のトライボロジー特性を把握するとともに、たとえ UHMWPE が摩耗したとしても、摩耗粉が生体におよぼす影響を可能な限り低減させることが必要となる。

そこで本研究においては UHMWPE の分子量および、触媒、熱安定剤、離型材等の添加剤が UHMWPE の摩耗現象におよぼす影響を明確にすることを目的とした。これらの添加物が明瞭な UHMWPE を数種類製造し、大気中での摩擦・摩耗試験を行い、本大テーマ 1 で開発した試験システムを用いて、トライボロジー特性を調べた^{1,2)}。ついでそれら材料の摩耗粉を細胞に接触させ、摩耗粉の細胞毒性を調べた³⁾。

チーグラ系触媒を用いて精製されたペレット（顆粒）状の UHMWPE を 3 種類用意した。熱安定剤であるステアリン酸カルシウムを一定濃度含み、酸化防止剤を含まない、平均分子量 115 万、240 万、および 340 万の UHMWPE を成型加工した。また、分子量 240 万の試料に関してはイオウおよびリン系の酸化防止剤を含む試料も生成した。これらは分子量が異なるだけで、密度や分子量分布幅は同一であることを密度測定および極限粘度

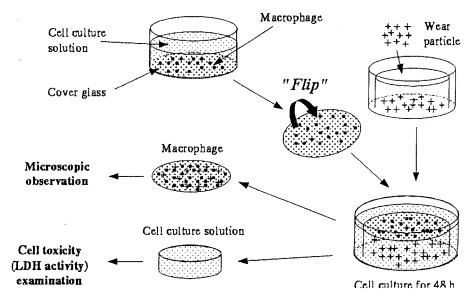


図 1：マクローファージによる細胞毒性評価

測定で確認した。UHMWPE 成型体をピン試験片 ($\phi 5 \times 30$) に加工し、摩擦面を $Ra = 0.2 \mu m$ に研磨した。相手材にステンレス鋼 (SUS316L) を用い、摩擦表面を $Ra = 0.66 \mu m$ に研磨した。UHMWPE のピン試験片をステンレス鋼表面に大気中にて面圧 4 MPa で押し付けながら、3.3 km 往復動摩擦させた。摩擦中の摩擦係数の変化と比摩耗量を求めた。統計検定は 2 標本 t 検定で行い、有意水準を 5% とした。

粉末合成培地 (RPMI-1640 等) を用いた培養液内でヒト胸腺由来の U937 細胞を継代培養し、マクロファージに分化させた (図 1)。シャーレに UHMWPE 摩耗粉を 3 mg 注入した後、マクロファージが付着したカバーガラスを反転させ、摩耗粉の上部に設置し、培養液をゆっくりと注ぎ込んで摩耗粉を浮き上がらせ、マクロファージと 48 時間接触させた。培養液の乳酸脱水素酵素活性 (LDH 活性) を計測し、マクロファージの損傷度とした。カバーガラスに付着したマクロファージに対してはヘマトキシリン・エオジン染色による組織観察を行った。統計検定は 2 標本 t 検定で行い、有意水準を 5% とした。

分子量 115 万と 340 万の試料の摩擦係数は、摩擦直後には 0.13 ほどで同程度であったが、摩擦距離が 1000 m を越すと摩擦係数が増大した。分子量 340 万の摩擦係数は分子量 240 万に比べて高くなり、摩擦距離 2000 m および 3000 m では有意に高くなった。比摩耗量は分子量 115 万および 340 万でほとんど差がなく、 $2.3 \times 10^{-9} \text{ mm}^2/\text{N}$ 程度であった。分子量 240 万で酸化防止剤を含む試料の場合、摩擦距離 1000 m 以降では摩擦係数が 0.13 程度に低下し、同分子量で酸化防止剤を含まない場合に比べて有意に低くなった。比摩耗量も同様で、酸化防止剤を含む場合には $1.9 \times 10^{-9} \text{ mm}^2/\text{N}$ となり、有意差はないものの酸化防止剤を含まない場合の $2.6 \times 10^{-9} \text{ mm}^2/\text{N}$ に比べ低くなる傾向を示した^{1,2)}。

マクロファージ培養液の LDH 活性は分子量 115 万、240 万、および 340 万の場合、それぞれ 6.6 ± 2.5 (平均 \pm 標準偏差) %、 $8.4 \pm 2.5\%$ 、および $5.3 \pm 2.5\%$ であった。特に、分子量 240 万に比べて 340 万の LDH 活性が有意差はみとめられないものの ($p=0.054$)、大きく低下していた。微小摩耗粉の存在割合も分子量 240 万のときに最大となったことから、摩耗粉のサイズが細胞毒性に影響を及ぼしていることが推察された³⁾。

3. 人工骨 (Neobone) の軟骨下骨移植による軟骨修復の評価

成熟家兎 8 羽の大腿骨荷重負荷軟骨部に直径 8 mm の骨孔を作成し、軟骨と軟骨下骨を採取した。骨補填材料であるネオボーン (コパレント (旧東芝セラミックス)) に骨形成誘導タンパクである BMP (bone morphogenetic protein) を添加し、下骨の存在した位置に置換した。術後 8 ヶ月、13 ヶ月後に軟骨/骨の円柱状組織を切り出し、組織観察および圧縮試験を行った。その結果、修復軟骨は周囲の既存組織と連続的に結合し、関節軟骨特有物質であるプロテオグリカンが多く含まれていることがわかった。力学試験の結果、術後一年以内で、静的圧縮特性および摩擦特性は回復するが、動的圧縮特性は回復しないことが分かった⁴⁾。

4. 間葉系幹細胞自己生成組織 (scSAT) による軟骨修復

4-1. scSAT の生成

ヒト、およびブタの滑膜由来細胞を採取して培養し、 $1.0 \sim 10.0 \times 10^6 \text{ cells/dish}$ の密度になるまで細胞数を増やした。この中に間葉系幹細胞が含まれており、増殖を繰り返して細胞数を増加させる継代培養の過程により幹細胞密度を高めた。強度の向上を目的にアスコルビン酸 (ビタミン C) を 0.2 mM 添加し、この時点を培養開始とし 3 ~ 28 日間培養した。培養組織を培養皿から剥離し、1 時間置くことにより自己収縮させ、滑膜由来細胞自己生成組織 (scSAT) (図 2, 3) を生成した⁴⁻⁸⁾。scSAT は厚さ 100-200 μm 程度の半透明組織で、タイプ I および III コラーゲンを含むが、タイプ II コラーゲンを含まず、接着因子であるフィブロネクチンやピトロネクチンを含むことが分かった。

図 2 : 滑膜由来細胞自己生成組織 (scSAT) の生成

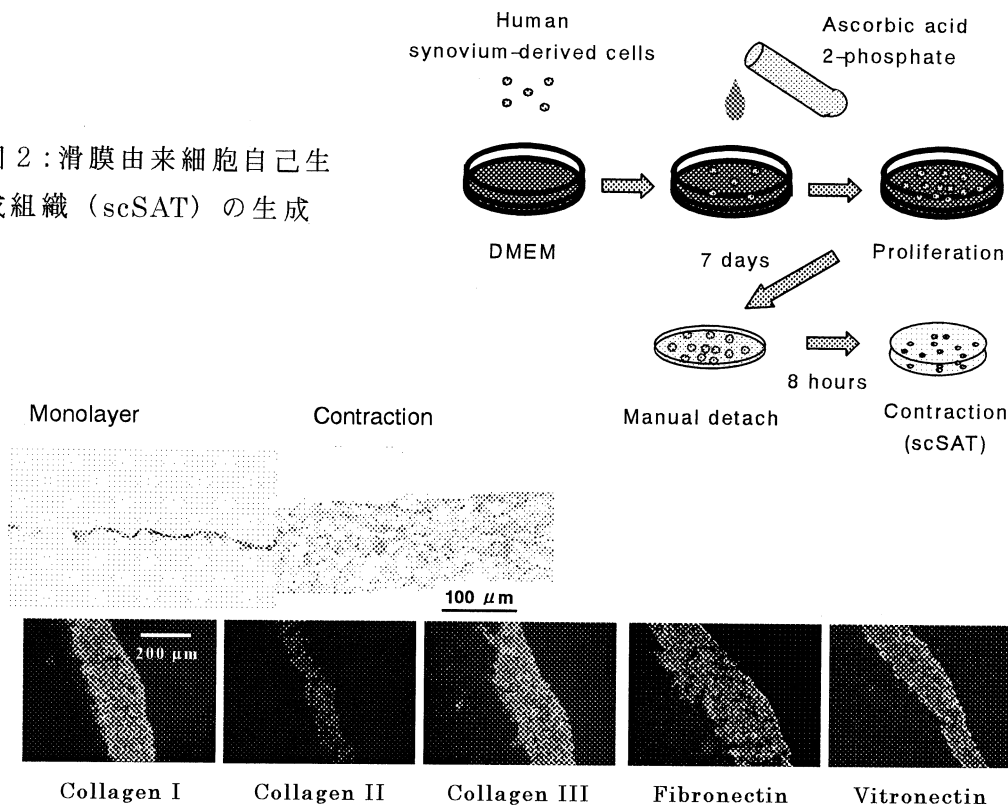


図 3 : 滑膜由来細胞自己生成組織 (scSAT) の HE 組織写真(上)と免疫染色観察結果(下)

生成された scSAT を本研究で開発されたマイクロ引張試験機で引張試験したところ，初期細胞密度の増加に伴い強度が増加したが，細胞密度 400 万以上では有意な変化がなく，0.5 MPa 程度の強度を有することが分かった (図 4)．また，アスコルビン酸を添加してからの培養日数を増やすと強度が増大し，21 日培養では 1.3 MPa 程度になることが分かった (図 5)．

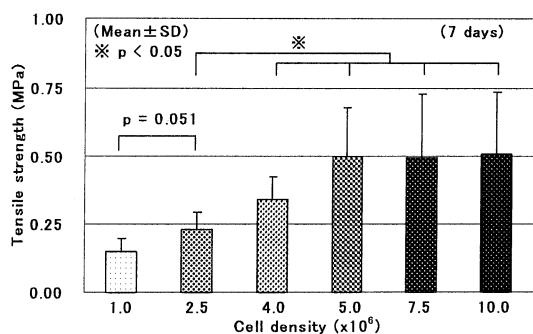


図 4 : scSAT の強度におよぼす初期細胞密度の影響

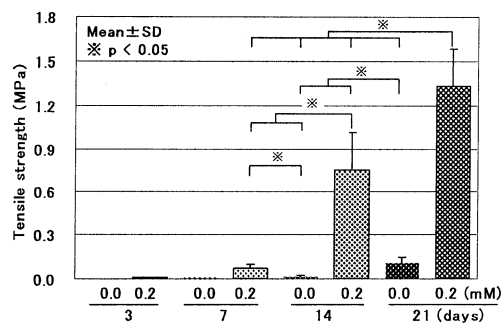


図 5 : scSAT の強度におよぼす培養日数の影響

4 - 2 . scSAT による軟骨再生

生後 12 週齢のミニブタを静脈注射によりブタを麻酔し，大腿頸部の軟骨のみに直径 8 mm，深さ 1.5 mm の欠損を作成した(図 6)⁹⁻¹³⁾．軟骨の再生を促すため，ブタ滑膜由来幹細胞を用いて生成した scSAT を欠損部に移植した．なお，軟骨再生用の scSAT を，その特徴からスキャフォールドフリー組織再生材料 (TEC) とも呼ぶ．比較対照として，欠損部に何も移植しない群も作成した．術後 6 ヶ月で屠殺し，scSAT 移植部，非移植部とその周辺の正常軟骨から，

軟骨下骨ごと直径 4 mm の円柱状試料を切り出した。

再生軟骨の動的圧縮特性を、昨年度までに作成した圧縮試験機を用いて評価した。試験片をステージの上に乗せて固定し、37℃の生理食塩水に浸した後、リニアアクチュエータ(LAH-46-3002-F-PA-V1, Harmonic Drive Systems)によりプレロード 3 kPa を 180s 与えた。除荷後、下限 5 kPa から上限 10 kPa の繰り返し荷重を圧縮速度 100 $\mu\text{m/s}$ で 100 サイクル与える動的圧縮試験を行った。動的圧縮試験の後、4 $\mu\text{m/s}$ および 100 $\mu\text{m/s}$ の圧縮速度で、約 70 kPa まで圧縮する準静的圧縮試験を行った。

scSAT 移植軟骨および非移植軟骨にサフラニン O 染色を行った時の組織断片像を図 7 に示す。scSAT 移植軟骨では、再生軟骨表層と軟骨下骨の間に染色度の高い硝子軟骨様の組織を認めた(a)。非移植軟骨では硝子軟骨様組織は確認されなかった(b)。

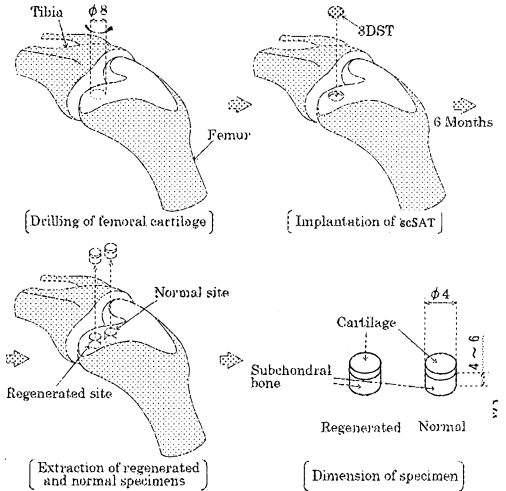


図 6 : ブタ大腿骨軟骨欠損部への scSAT の移植

図 7 : 修復軟骨のサフラニン O による組織写真 (濃色が硝子(正常)軟骨部分を示す)

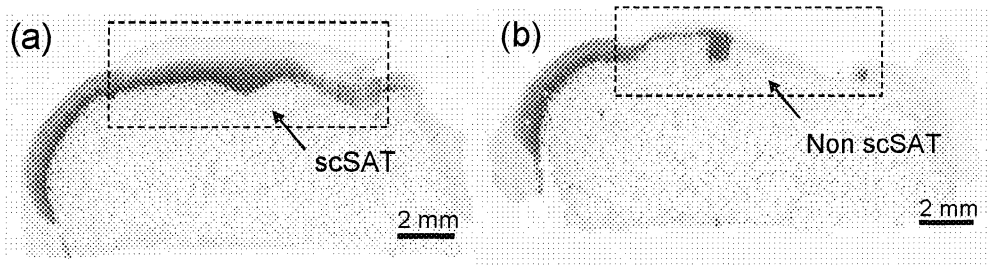
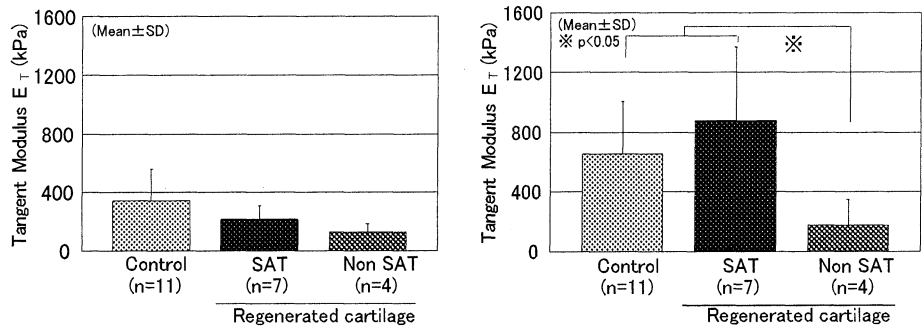


図 8 : scSAT 修復軟骨の接線係数 (左 : 4 $\mu\text{m/s}$, 右 : 100 $\mu\text{m/s}$)



動的圧縮試験の結果、正常軟骨、scSAT 移植軟骨、非移植軟骨ともに軟骨の変形量は時間に依存した¹⁴⁾。圧縮開始直後、正常軟骨のひずみが約 3 % と最も小さかったが、scSAT 移植軟骨、非移植軟骨は約 5 % と同程度までひずんだ。繰り返し圧縮を与えた結果、scSAT 移植軟骨、非移植軟骨のひずみが正常軟骨より増大した。準静的圧縮試験では圧縮速度が比較的高い 100 $\mu\text{m/s}$ の場合には、scSAT 移植軟骨は正常軟骨に似たカーブを描き、非移植軟骨よりも応力が早く立ち上がり、剛かった。しかし、圧縮速度を 4 $\mu\text{m/s}$ に落とした低速圧縮試験では、scSAT 移植軟骨、非移植軟骨ともに正常軟骨に似た応力の立ち上がりになった。これらの応力-ひずみ関係が非線形であるため、ひずみ 5% における関係を最小二乗法により直線近似して、傾きを接線係数(tangent modulus)として求めた(図 8)。その結果、scSAT 移植軟骨の

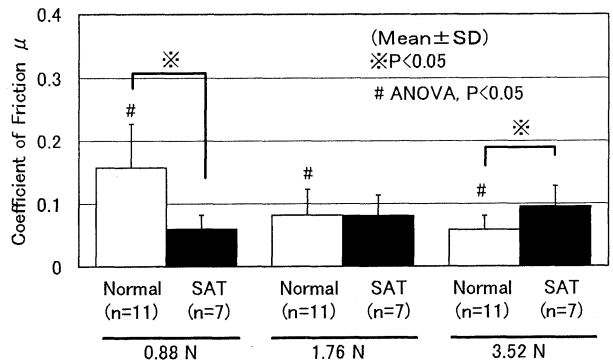


図 9 : 修復軟骨の摩擦係数

接線係数は圧縮速度 100 $\mu\text{m/s}$ の高速時では正常軟骨より高く、また非移植軟骨よりも有意に高かった。

SATによる修復軟骨のガラス面に対する摩擦係数を図9に示す。摩擦係数は、正常軟骨に比べ、低荷重時である0.88 N負荷時では有意に低かったが、高荷重時の3.52 N負荷時には逆に有意に高くなった。正常軟骨で見られる荷重依存性がないことが分かった¹⁵⁾。

一方、原子間力顕微鏡 (NanoScope III, 日本ビーコ) による修復軟骨表面近傍の観察とインデンテーション試験の結果を図10, 11に示す。インデンテーション試験ではプローブ圧子を約1 μm 押し込み、荷重と押し込み深さが直線状になった領域での剛性をまとめた。scSATを用いない修復軟骨は修復された部分 (repaired site) と未修復の部分 (non-repaired site) が明瞭に分かれたので、剛性を別々に示した。その結果、SATによる修復軟骨最表層には幅数10 μm の大きな付着物質が観察され、剛性は正常軟骨よりも有意に軟らかかった¹⁶⁾。

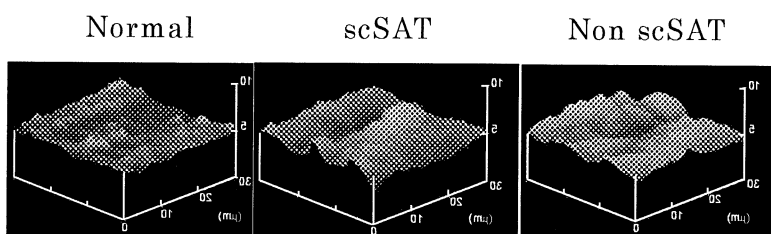


図10：修復軟骨および正常軟骨のAFM観察像

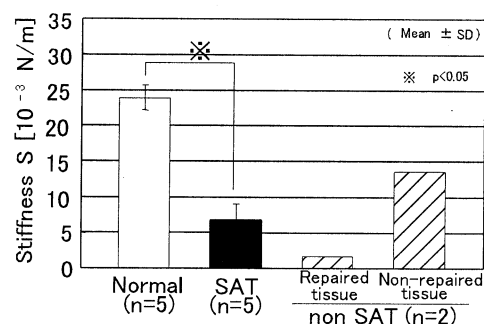


図11：修復軟骨最表層の剛性

以上より、SATによる修復軟骨は優れた圧縮特性と摩擦特性を有するものの、正常軟骨に比べて表層が軟らかく、高荷重時の摩擦係数が高いことが分かった。この原因として、修復軟骨内のコラーゲン線維やプロテオグリカンが未発達なため、正常軟骨ほどの保水性能がないことが原因と考えられた。そこで、軟骨組織をコラーゲン線維、プロテオグリカンからなり、水分子を透過する多孔質弾性体でモデル化して有限要素解析を行い、応力緩和試験結果とフィッティングさせることで構成要素の力学的特性を推測した (図12)。また、透水性試験機を新たに開発し、修復軟骨の表層から厚さ250 μm で切り出した3層の軟骨試験片に対し、透水性試験を行った (図13)。解析の結果、予想どおり、修復軟骨の透水性は正常軟骨よりも遥かに高いことが分かった¹⁷⁾。また、透水性試験の結果、SAT修復軟骨は、中層や深層では正常軟骨と同等の透水性であったが、最表層の透水性が正常軟骨と比べて有意に高いことが分かった (図14)¹⁸⁾。

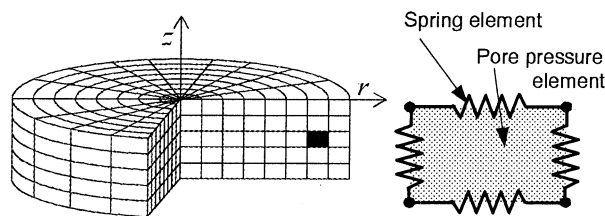


図12：軟骨の多孔質弾性体モデル

以上の実験結果から、scSATによる修復軟骨が優れた圧縮特性と摩擦特性を有する一方、正常軟骨に比べて表層が軟らかく、高荷重時の摩擦係数が高いという欠点を有するのは、修復軟骨表層の透水性が極めて高いことに起因していると考えられる。表層における水分の流出入がスムーズ過ぎるため表層の剛性が低くなり、高荷重時には水分が抜けきって摩擦係数が増大するものと思われる。正常軟骨では透水性が低いため、高荷重時に水分が軟骨内に浸透しにくく、一部、圧力の低い軟骨摩擦面に水が滲出すると考えられるが、SAT修復軟骨ではこの現象が起きにくいのではないかと考えられた。透水性が高い

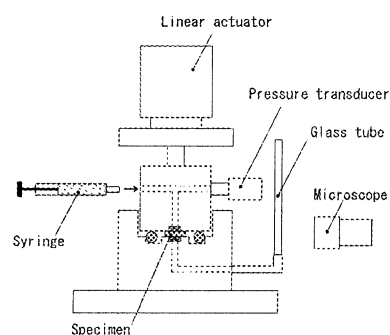


図13：透水性試験機

透水性が高い

理由として、コラーゲン線維が未発達なことで、プロテオグリカンが表層近傍に存在しないことが考えられる。今後、最表層の透水性を適正化するための方法について検討する必要がある。

5. scSAT による靭帯修復材料の創成

軟骨と同じように靭帯も自己修復能力が低い。そこで、scSAT を用いて靭帯修復のための材料創成に取り組んでいる。そのための基礎研究として、荷重下培養装置を用いて scSAT に最大 5 mN の繰り返し引張荷重を 1 時間あたえた群と、培養皿底面に深さ 30 mm、幅 100 mm の溝を掘り、その上で 60 日間培養させた群を作り、線維の配向度と力学的異方性を調べている。今までのところ、両群ともに荷重および溝方向に線維が配向し、力学的異方性が備わることが分かっている (図 15, 16) 19)。両材料に検討や改善を加え、幹細胞をベースとした新たな靭帯修復材料を創成したいと考えている。

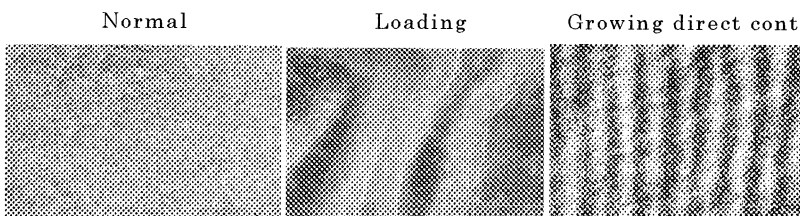


図 15 : 荷重下培養および成長方向規定培養によるコラーゲン線維の配向 (荷重および培養皿の溝は紙面上下方向)

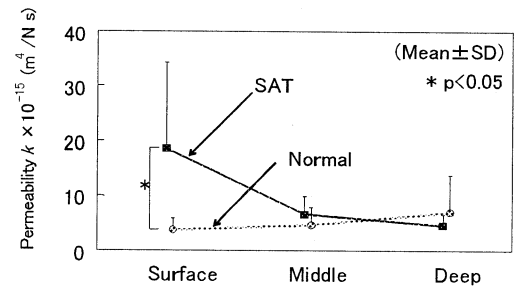


図 14 : 各層の透水性

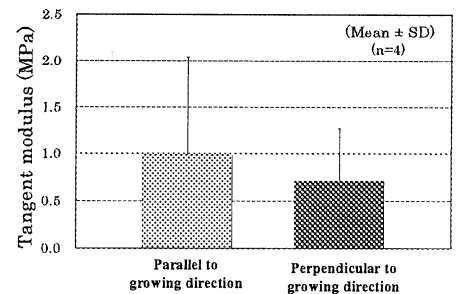


図 16 : 荷重下培養装置

6. まとめ

関節機能の再建を目指し、人工関節材ポリエチレン摩耗粉の細胞への影響を調べ、間葉系幹細胞などを用いた軟骨・靭帯修復材料を創成し、動物実験および細胞培養によりそれらの特性等を調べた。得られた結果は関節の組織再生にとってきわめて重要なものであると考えられる。

発表論文等

- 1) 藤江, 他: 第 30 回日本臨床バイオメカニクス学会 (2003)185.
- 2) 藤江: 運動・物理療法 (J. Physical Medicine) 14(4)(2003)279-285.
- 3) 藤江, 他: 日本機械学会関東支部講演論文集 (2004)147,148.
- 4) 片貝, 他: 日本臨床バイオメカニクス学会誌 26(2005)85-90.
- 5) Ando W. et al.: Biomaterials (in press)
- 6) 永井, 他: 日本臨床バイオメカニクス学会誌 27(2006)89-94.
- 7) 藤江, 他: 日本機械学会バイオエンジニアリング部門講演会 (2006) 93,94.
- 8) Fujie H. et al.: Proceedings of the 53rd Orthopaedic Research Society (2007).
- 9) 片貝, 他: 日本機械学会全国大会講演論文集 (2006) 147,148.
- 10) 井村, 他: 日本機械学会全国大会講演論文集 (2006) 147,148.
- 11) 片貝, 他: 日本臨床バイオメカニクス学会誌 27 (2006) 71-76.
- 12) Katakai D, et al.: Journal of Biomechanics 39 (2006) s576.
- 13) Katakai D, et al.: Proceedings of the 53rd Orthopaedic Research Society (2007).
- 14) Katakai D, et al.: Clinical Biomechanics (submitted).
- 15) Ogata M, et al.: Proceedings of the 54th Orthopaedic Research Society (2008)(in press).
- 16) Fujie H, et al.: Proceedings of the 54th Combined Orthopaedic Research Society 37(2007).
- 17) 片貝: 工学院大学大学院博士論文 (2008)
- 18) 井村: 工学院大学大学院修士論文 (2008)
- 19) Kumagai K, et al.: Proceedings of the 8th ISLT(2008)(in press)

II 3次元マイクロナノ形状加工技術開発に関する研究

大テーマ2：3次元マイクロナノ形状加工技術開発に関する研究

2. 1 放電・電解ハイブリッド微細軸成形を備えた 放電マイクロマシニングセンタの開発

機械創造工学科 武沢 英樹

1. はじめに

各種製品の小型化，高精度化に伴い微細加工の要求が益々高まっている．各種加工法による微細加工の研究が盛んであるが¹⁾，本研究では加工時の反力が小さく微細な形状加工を得意とする放電加工を用いた3次元マイクロマシニングセンタを開発している．放電加工による微細加工を行うためには，微細な工具電極が必要であり，通常ハンドリングの誤差などを考慮して機上で成形することが多い^{2) 3)}．本研究では，単発放電を利用した微細軸瞬時成形を元に^{4) 5)}，電解加工による形状仕上げを連続的に処理できるハイブリッド型微細軸成形システムを備えている．

単発放電による微細軸瞬時成形法は，タングステン細線電極を用いて適当な放電条件で単発放電を行えば放電後の電極先端が微細化する現象を利用したものである．ただし，微細軸の形状精度および軸の振れ精度が十分ではないことがわかっている．そこで，これらの精度向上を目指して単発放電により瞬時成形した微細軸を電解加工により仕上げることを検討した．軸の振れ精度および形状精度が向上すれば，微細加工用工具の他に計測用プローブとして十分利用することが可能となる．電解加工では，原理的に陰極側電極の消耗は発生しないため，精度の良い成形が可能である．必要とする形状に合わせた電極形状を準備すれば，成形精度は電解条件で決定される．このような放電と電解加工を組み合わせたハイブリッド微細軸成形システムを備えた放電マイクロマシニングセンタの構築を行った．

2. マイクロ放電加工機の試作

2.1 微細放電加工における主軸制御

放電加工における主軸制御は，一般的に平均加工電圧を用いたサーボ制御を行っている．単位時間当たりの放電回数である放電頻度が高くなるように，工作物に対する電極の位置，つまり極間距離を制御する必要がある．従来は AC/DC サーボモータが利用されてきたが，本研究ではパルス制御で制御が可能なステッピングモータによる主軸制御を試みた．また，微細放電加工では放電エネルギーが小さいため加工中の極間距離が通常の放電加工に比較して狭く，狭い極間を高速に制御する必要が求められる．主軸制御系の応答速度が遅いと短絡と開放の繰り返しとなり，加工速度が遅くなることが懸念される．そのため，微細放電加工用の主軸制御の応答速度を高める研究が各種なされている⁵⁾．本研究では，ステッピングモータステージにピエゾアクチュエータを追加して各種サーボ方式の違いを検討した．

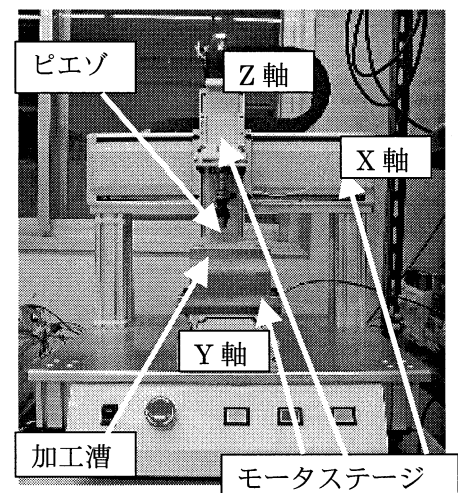


図1 放電マイクロマシニングセンタ

2.2 試作機の構成

図1は試作したマイクロ放電加工機であり、5相ステッピングモータを駆動源とした3軸モータステージをベースにしている。Zステージには piezoアクチュエータ (ASB170C801 NEC トーキン製) を取り付け、その先に固定された精密ドリルチャック (C15-J0 Albrecht 製) により電極を保持する。各軸のステッピングモータは、最大250分割のマイクロステップ駆動が可能なドライバにより制御される。また、piezoアクチュエータは、piezoドライバ (M-2654 メステック製) を用いて駆動する。主軸制御に用いた制御回路の基本構成を図2に示す。ステッピングモータ用の制御部①とpiezoアクチュエータの制御部②に大別される。分圧した極間電圧をローパスフィルタで平均化し、しきい値となる基準電圧と比較して制御信号を出力する。制御信号は、ステッピングモータの場合はドライバのCWあるいはCCW入力へ、piezoアクチュエータの場合はpiezoドライバに入力される。

2.3 主軸制御のためのサーボ方式の比較

図2に示した制御回路を用いて、ステッピングモータとpiezoアクチュエータを組み合わせた主軸サーボ方式の比較を行った。サーボ方式として以下の3方式を検討した。

- ①ステッピングモータステージのみで制御するシングルサーボ
- ②ステッピングモータ制御に、piezoアクチュエータの加振 (周波数 300Hz, 振幅±1.2mm) を付与した制御
- ③両アクチュエータを同時に用いたデュアルサーボ方式

FETをスイッチング素子に用いたトランジスタ放電回路により表1に示す放電条件を設定し、上記3方式による直穴加工を15分間行った。加工中の電流、電圧波形から正常放電を検知する回路を製作し有効放電数を計測した。また、加工前後の工作物重量変化より加工量の測定を行った。図3に、各種サーボ方式における有効放電数と加工量を、棒グラフ (放電数) および点プロット (除去量) で表す。これより、シングルサーボ<piezo加振<デュアルサーボの順に有効放電数が増え、加工量が増大していることがわかる。さらに、両者はほぼ比例関係にあることがわかり、放電条件は同一であることから単発放電除去量はほぼ等しく、有効放電数により除去量が決定されることがわかる。これより、デュアルサーボ方式の有効性が確かめられた。

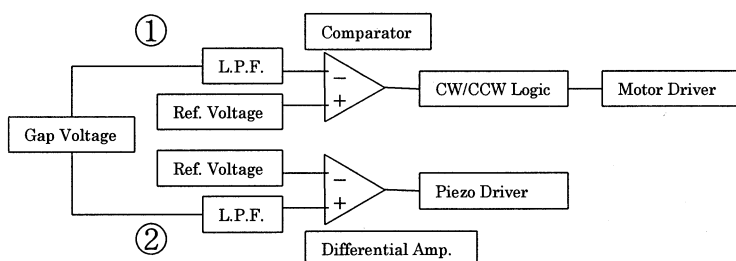


図2 制御回路の基本構成

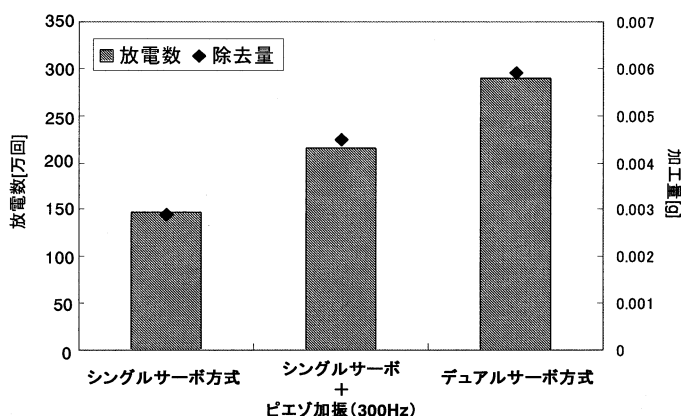


図3 サーボ比較実験結果

表1 サーボ比較実験に用いた放電条件

印加電圧	100[V]
ピーク電流値	3.8[A]
電流オン・オフ時間	10[μsec]30[μsec]
電極 (極性)	φ 1.0銅 (-)
ワーク (極性)	SS400 (+)
加工液	油

2.4 試作機による微細放電加工

試作した加工機による微細放電加工を行った。電極は、直径 0.1mm のタングステンロッド電極と、その電極を用いて微細軸瞬時成形した微細電極の 2 種類を用いた。主軸制御には、前節で最も放電頻度が高かったデュアルサーボ方式を用いた。X・Y 制御は、PC から計測制御ソフトである LabVIEW とモーションコントローラボードを用いてパルス信号を生成し、各軸ドライバに入力した。走査加工により 2mm 角程度の北海道地図を加工した結果を図 4 に示す。加工指示として、深さ方向は数 mm と与え X・Y 平面内での移動速度を 100step/s として加工開始点に戻ってくるまで加工を行った。図の外側は直径 0.1mm 電極による加工であり、内側は瞬時成形された微細軸による加工結果である。それぞれの加工時間は、外側で約 10 分、内側で約 8 分であった。各加工部を電子顕微鏡で観察したところ直径 0.1mm 電極部は、線幅約 126 μ m であり、微細軸による加工部は約 40 μ m であった。瞬時成形電極により微細放電加工が可能であることが確認できた。これより、試作したマイクロ放電加工機により微細な 3 次元形状加工が可能であることが確かめられた。

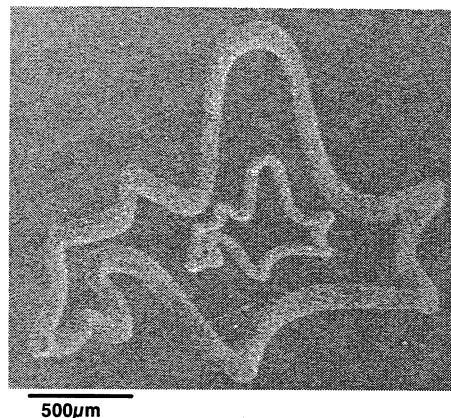


図 4 瞬時成形微細軸による加工

3. 単発放電による複数本連続微細軸成形

微細軸を瞬時大量成形するためには、単発放電を利用した微細軸成形を連続的に行う必要がある。そこで、多数本の電極を保持し、連続的に単発放電を発生させて微細軸が成形できる大量成形システムを検討した。図 5 に、試作した単発放電を利用した 9 連続微細軸成形装置を示す。9 本の細線電極をホルダでき、Z 軸手動ステージと X 軸モータステージが装備されている。各 9 本の電極に連続的に単発放電を発生させる手法として①個別給電法、②一括給電法、③一括給電&極間サーボ法などを検討したが、本方式では最も構造的にシンプルな②一括給電法を用いた。主軸側にサーボ機構を持たない加工装置で単発放電を発生させるためには、電極と相手材料との極間距離を 10 μ m 程度以下に保った状態で、100V 程度の電圧パルスを押加すると放電が発生する。同様にサーボ機構を持たない装置で一括給電法により 9 本全ての電極で放電を発生させるためには、電極と相手材との極間距離が 9 本全ての電極で 10 μ m 程度以下である必要がある。つまり、各電極の長さのバラツキが数 μ m 程度であることが必要となる。このように電極の長さを揃えるために、相手材料が固定されている加工槽を一軸方向に揺動しながら微細放電を行い、電極側を消耗させる電極ドレス成形を試みた。その結果、印加電圧とコンデンサ容量および揺動速度を最適化することにより、各電極長さを $\pm 5\mu$ m 程度以内に抑えることが可能となった。実際に、一括給電法により連続的に 9 パルスの電圧パルスを押加して、順次 9

表 2 放電微細軸成形条件

相手材	炭素鋼
電極極性	(-)
加工液	放電加工油
印加電圧	200V
平均電流値	40A
パルス幅	440 μ s
極間距離	1~2 μ m

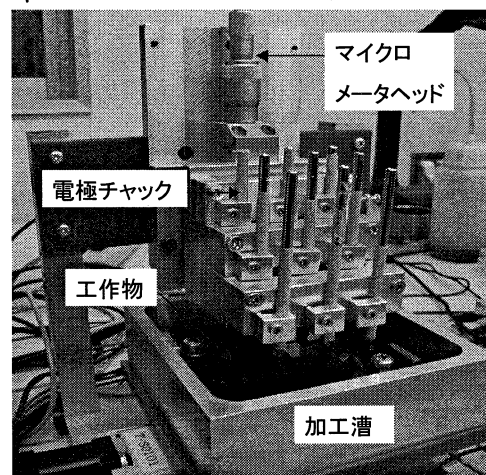


図 5 9 連続微細軸成形装置

本の電極で単発放電が発生することを確認し、9本全ての電極で微細軸を成形することが可能となった。表2に放電条件を示す。保持できる電極数をさらに多くしても同様のドレス工程を経ることで、連続的に単発放電による微細軸瞬時大量成形が可能と考えられる。

4. 放電・電解ハイブリッド微細軸成形システム

4.1 装置の構成

単発放電と電解加工を連続的に処理可能なハイブリッド型微細軸成形システムを試作した。試作した装置を図6に示す。単発放電後に放電用加工槽と電解用加工槽を入れ替えることにより、放電加工と電解加工を切り替えることが可能である。単発放電時には極間を数 μm に調節する必要があるため手動Z軸ステージを備えている。電解加工時には主軸に取り付けた微細軸を回転させる必要があるため、ステッピングモータによる主軸回転機構を付加した。回転力の伝達には磁気カップリングを用いてモータ側の振動による影響を極力抑えた。加えて、Z軸送り制御により成形形状の制御ができるようステッピングモータステージを追加している。また、機上で軸形状の観察を行えるようにデジタル顕微鏡を設置した。これにより、単発放電後と電解加工後の微細軸の形状変化をホルダから取り外すことなく機上で観察可能である。

4.2 Z軸制御による電解形状加工($\phi 1.0\text{mm}$ W ロッド)

通常の電解加工では、仕上げたい形状を反転した電解加工用電極を製作する場合が多い。ただし、本手法では様々な形状に微細軸を仕上げることを念頭に、単純形状電解用電極を適用することとした。各種基礎実験より、板厚 0.03mm 、穴直径 1.2mm の銅電極を作製し、穴中央部に直径 1.0mm のタングステン軸を回転させて電解加工を行う。形状の制御は、Z軸の送り速度を制御することにより各部位における軸直径を変化させ、形状制御することを試みた。Z軸制御には計測・制御用ソフトであるLabVIEW (National Instruments 社製)を用いた。形状制御の基礎実験として、直径 1.0mm のWロッドと、穴直径 1.2mm の工具電極を用いた。目視にて穴中心にWロッドを配置し、下方に 5mm 送るまで電解加工を行った。送り速度のパターンを3種類変化した。A) $200\mu\text{m}/\text{min}$ 一定、B)前半 $162\mu\text{m}/\text{min}$ 、後半 $261\mu\text{m}/\text{min}$ の2段階変化、C)前半 $261\mu\text{m}/\text{min}$ 、後半 $162\mu\text{m}/\text{min}$ の2段階変化(Bの逆)の3条件である。電解加工条件は表2、加工時間は20分

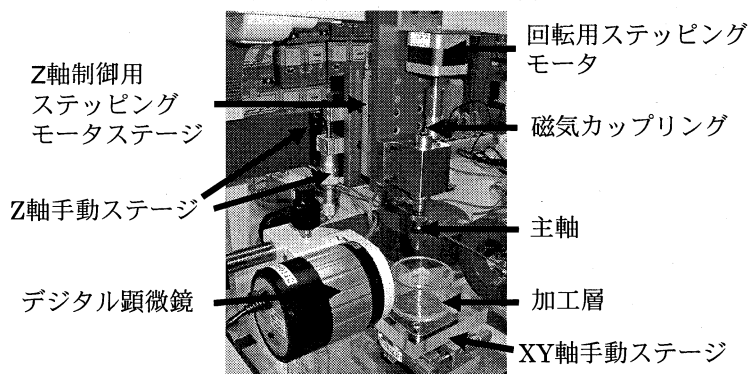


図6 ハイブリッド型卓上加工機

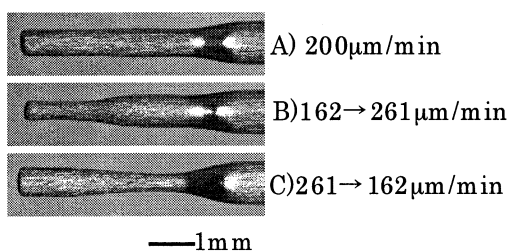


図7 Z軸制御による電解加工後のWロッド形状

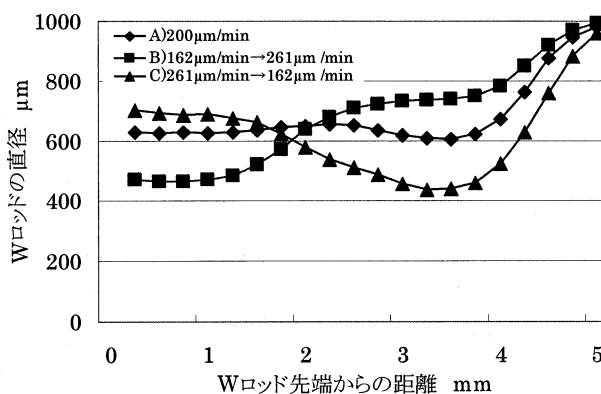


図8 Z軸制御による電解加工の結果

ある。電解加工後の電極形状写真を図7に、先端からの軸直径の変化を図8に示す。A)は送り速度が一定であるため電極直径に変化は無くほぼストレートに加工されている。B)は前半の送り速度が遅いため、先端部は軸直径が細くなり、根元側は送り速度が速いため太くなる。C)の送りはB)の逆であるため、軸直径の傾向も逆になる。ただし、C)の場合軸直径は明確に2段階に分かれてはいなく、なだらかに軸直径が変化している。これは、軸先端側を早い送り速度で移動すると端面の影響があるためと考えられる。また、3タイプとも軸根元側(図中横軸4mm~5mm)での軸直径変化はほぼ同様であり、使用した工具電極の板厚および穴直径の影響が考えられる。

5. 放電・電解ハイブリッド型微細軸成形システムを備えた放電マイクロマシニングセンタ

試作したハイブリッド型卓上加工機により、直径0.1mmのタングステン電極を用いて微細軸瞬時成形を行い、引き続きZ軸送り制御による電解加工を行った。単発放電条件は電流値40A、パルス幅400 μ sである。電解加工条件は表3の通りであり、加工時間は40秒程度である。送り速度を開始から200 μ m送るまで1200 μ m/min、200 μ mから300 μ m送るまで210 μ m/minとした。図9にA)瞬時成形後およびB)ハイブリッド型成形微細軸の機上観察写真を示す。単発放電後の微細軸直径40 μ mが20 μ m以下に微細化されており、さらに振れまわり精度も向上していた。さらに、A)の微細軸の溶滴部分が全て溶出しており、テーパ形状へ加工可能である。

また、ハイブリッド型成形微細軸を用いて、板厚0.05mmの銅箔に対して微細放電穴加工を行った。微細放電加工にはコンデンサ放電回路を用いており、電気条件は印加電圧100V、50pFである。穴加工の結果を図10に示す。加工穴は放電クリアランスを含め30 μ m程度である。

6. まとめ

単発放電による微細軸瞬時成形と電解加工による形状仕上げを組み合わせた放電・電解ハイブリッド型微細軸成形システムを装備した、放電マイクロマシニングセンタの開発を行い、以下の結果を得た。

- 1) 卓上型3軸スライダを元にした、小型放電加工機の試作を行った。主軸制御には、モータステージとピエゾアクチュエータを組み合わせたデュアル制御方式が加工速度、放電の安定性で有効である。X・Y軸を制御して3次元形状加工が可能なが確かめられた。
- 2) 同一機械上で、単発放電による微細軸瞬時成形とZ軸制御を用いた電解加工による微細軸形状仕上げが可能なが、微細軸成形システムを構築した。
- 3) 単発放電を連続的に発生させることにより9本連続的に微細軸

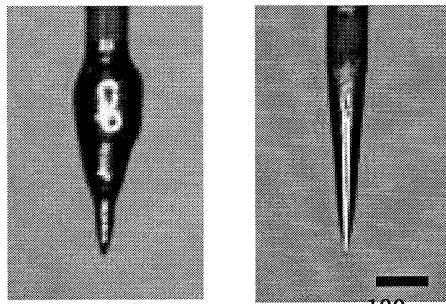


図9 Z軸制御による電解加工結果

表3 電解加工条

電極(+)	タングステン
電極(-)	銅(貫通穴)
電解液(濃度%)	KOH(5%)
パルス幅(μ s)	400
デューティ比	50%
挿入抵抗	1 Ω
設定電流:A	1.0A
設定電圧:V	10V
回転	75rpm
加工時間	20s

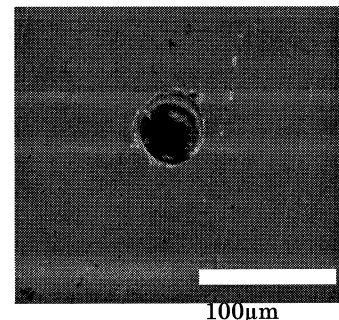


図10 ハイブリッド型成形微細軸を用いた穴加工

を成形できるシステムを構築した。9本連続的に単発放電を発生させるためには、各電極長さを10 μm 程度以下に揃える必要がある。そのために、相手材料を揺動させて微細放電を繰り返す電極ドレス工程の条件が重要であることがわかった。

- 4) ハイブリッド型微細軸成形を実際に行い、成形した微細軸で微細穴加工を行った。単発放電による瞬時成形後は30 μm 程度であった微細軸直径が20 μm 以下に仕上げることが可能となった。

参考文献

- 1) 沢田潔, 寺嶋洋也, 竹内芳美: 超精密ナノ加工機の開発, 精密工学会誌, 68, 6(2002)761.
- 2) Masuzawa, T., Fujino, M., Kobayasi, K., Suzuki, T.: Wire Electro-discharge Grinding for Micro Machining, Annals of the CIRP, 34, 1(1985)431.
- 3) 山崎実, 森紀年, 鈴木岳美, 國枝正典: 軸穴同時マイクロ放電加工法の研究. 精密工学会誌, 69, 7(2003)944.
- 4) 武沢英樹, 毛利尚武, 古谷克司: 単発放電による微細電極の瞬時成形(第1報), 精密工学会誌, 67, 8(2001)1299.
- 5) 武沢英樹, 毛利尚武, 古谷克司: 単発放電による微細電極の瞬時成形(第2報), 精密工学会誌, 69, 5(2003)716.
- 6) 高橋健ほか, 電解研磨によるタンゲステン探針製作における再現性向上, T.IEE Japan, Vol.20-E, No.4 (2000)156

[発表論文]

1. 浅野孝平, 武沢英樹, 毛利尚武, 柳田大祐: 機上微細軸瞬時成形を備えたマイクロ放電加工機の開発, 2006年精密工学会学術講演会春季大会講演論文集, (2006) 963.
2. 児玉保則, 武沢英樹, 毛利尚武, 浅野孝平: 放電マイクロマシニングセンタの開発—放電・電解ハイブリッド型微細軸成形システム—, 日本機械学会ロボティクス・メカトロニクス講演会2007, (2007)2A2-G11
3. 児玉保則, 武沢英樹, 毛利尚武: 放電・電解ハイブリッド型微細軸成形システム, 2007年度電気加工学会全国大会, (2007)337

Ⅱ 3次元マイクロナノ形状加工技術開発に関する研究

Ⅱ-2 光造形によるマイクロギヤの成形加工と成形品物性に関する研究

佐藤貞雄、西谷要介

Performance and Molding of Photosetting Resin Composite (PRC) Spur Gears by Stereolithography

The performance of spur gears composed of photosetting resin composites (PRCs) containing various fillers was investigated experimentally. The materials used in the experiment were acrylic resin (PSA) and epoxy resin (PSEP), cured by irradiation with a helium-cadmium (He-Cd) ultraviolet laser (UVL) at a wavelength of 325 nm. The spur gears were molded by stereolithography using a UVL. The optimum time for the post cure in stereo lithography molding was about 20 minutes. The dedendum bending strength of spur gears made from PSA composites containing 1 wt% organic-modified montmorillonite (OMMT) increased by about 20% compared to neat PSA. The kinetics durability of the PRC spur gears was also found to increase due to the reinforcing effect of the filler. The tensile strength and flexural strength of the PSA/OMMT composite were about 1.2 times those of neat PSA. On the other hand, the flexural strength and modulus of neat PSEP were about 2 times greater than that of neat PSA itself. Moreover, the kinetics durability of neat PSEP also shows high values. From these results, it was concluded that the addition of filler has a significant influence on the characteristics and mechanical properties of spur gears made from photosetting resins.

Key words : Stereolithography/Photosetting resin/Composite/Spur gear/Fatigue strength

1. 緒 言

近年, Micro Electro Mechanical System (MEMS) に代表されるマイクロマシンの加工法は急速に発展した。MEMSの加工法は半導体加工に始まり, Photo Lithography (PL), Lithographic Galvanoformung Abformung (LIGA), 光ナノインプリント等, 多くの Ultraviolet (UV) 及び Electron beam (EB) 硬化技術を利用したマイクロ加工に関する技術が提唱されている。そのなかで立体的な複雑形状の加工に対応できるマイクロ光造形は3次元成形の加工法として注目を浴びている¹⁾。これらは光造形法に関する応用例としても様々な検討がなされ, 非積層の光造

形法²⁾, 高い分解能を持つ Integrated harden (IH) プロセス³⁾, エバネッセント光を利用した光造形法⁴⁾, 2光子吸収法の開発により, サブミクロンオーダーの加工が可能になった。MEMS用機構部品の製作が試みられる等加工法の一つとして最も注目されている。特に2光子吸収光造形により作成したマイクロギヤを使った駆動運転が実際に行われ報告があることから, 漸次光造形加工によるマイクロギヤの需要が高まることが予測される⁵⁾。しかし, これまでに光造形歯車の歯車特性及び機械的特性に関する報告は, 著者らの調査範囲ではあまり見られなかった。

本研究は, これらの要求に応えるため紫外線照射によって硬化する光硬化性樹脂 (PSR: Photo Setting Resin) を用い3D-CADによる図式情報により光造形機を駆動させ, JISに基づく平歯車の光造形加工法と寸法精度について検討した。またPSRに各種充填材を添加したPSR複合材歯車の歯元曲げ強さ, 疲労強度などの歯車特性に及ぼす充填材の影響について, 一般的な機械的物性と併せて実験的に検討した。

*1 工学院大学大学院工学研究科
東京都八王子市中野町 2665-1 (〒192-0015)
Graduate school of Mechanical Engineering Kogakuin
University

2665-1 Nakano-cho, Hachioji-shi, Tokyo 192-0015
*2 工学院大学工学部機械工学科
Dept. of Mech Eng. Kogakuin University
2007. 7. 31 受理

2. 実験

2.1 試料

実験に供した母材試料は、サンプロコ(株)製のアクリル系光硬化性樹脂 PSA (Photo setting PMMA) とディーメック(株)製のエポキシ系光硬化性樹脂の PSEP (Photo setting Epoxy) で、いずれも室温下において粘稠な液状である。また PSA のみに無機質充填材として大塚化学(株)製のチタン酸カリウムウイスキー (PTW: Potassium Titanate Whisker), 鱗片状チタン酸マグネシウムカリウム (MPTO: Magnesium Potassium Titanate Oxide), トヨタ通商(株)製の有機化モンモリロナイト (OMMT: Organic Monmorillonite) の各種充填をそれぞれ 1 wt% 充填した光硬化性樹脂複合材 (PSRCs: Photo Setting Resin Composites) を用いた。表 1 にその詳細と試料の略称記号を示す。

2.2 光造形加工装置

筆者らは、光造形装置として最も一般的な 1 光子の図. 1 に示すアズマ工機(株)製の He-Cd 紫外線レーザー ($\lambda = 325$ nm) の光造形装置を用いた。レーザービーム径 $7 \mu\text{m}$, 最大出力 20 mW で、ND (Neutral density) フィルターにより、加工時の出力を 0.2~0.5 mW に調整、設定した。レーザー光は 2 枚の反射ミラーを介して、樹脂層内の加工台へ底方向から照射され、集光レンズにより加工台上でエネルギー密度が最大となるように設定されており、レーザー光の焦点部分で樹脂が硬化するようになっている。光造形の加工プロセスは図. 2 に示すように、第 1 ステップでは 3D-CAD を用いて所定の形状・寸法の製作図面を作成し、中間媒体とし STL (Standard Triangulated Lan-

Table 1 Detail of specimens used in this experiment.

Matrix	Filler	Symbol	Note
Photo setting PMMA	—	PSA	SN-5 X 216 (Sannopco Co, Ltd.)
	PTW (Content 1 wt%)	PSA/PTW	Tismo (Otsuka chemical Co, Ltd)
	MPTO (Content 1 wt%)	PSA/MPTO	Terracess (Otsuka chemical Co, Ltd)
	OMMT (Content 1 wt%)	PSA/OMMT	Nanofil 2 (Toyota tsusho plastics Co, Ltd)
Photo setting Epoxy	—	PSEP	SCR 751 (D-mec Co, Ltd)

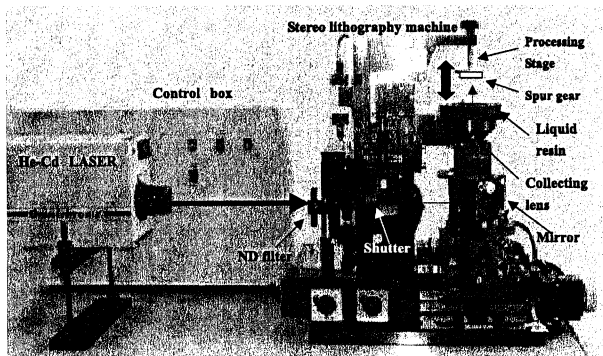


Fig. 1 Stereo lithography system furnished with He-Cd laser.

guage) 形式を経て、この図面を基に X-Y 方向 (平面方向) の送り量 0.1~0.2 mm, Z 方向 (垂直方向) の送り量 0.10~0.15 mm, X, Y, Z 方向, それぞれ送り速度 2 m/s の成形条件を設定して CAM により、各層ごとの座標値であるスライスデータへと変換した。この数値制御 NC (Numerical control) データの情報を造形機の NC 制御装置に転送し加工台を X-Y 平面上でそれぞれの方向に入力情報に従って稼動させ、レーザー光はこれと同時に X-Y 平面に垂直に照射されるようになっている。この一連の動作により第 1 層の硬化が完了すると加工台は Z 軸方向 (上方向) に所定距離移動し、1+n (n=1, 2, 3...) 層目の照射-硬化が行われ、この繰り返しの繰り返しにより樹脂の硬化層は図面指示の寸法厚さまで積層される。後述の機械的物性評価を行って決定した。

2.3 成形平歯車の仕様と加工

成形した平歯車の仕様は表 2 に示すようにモジュール (m) 0.5 mm, 歯数 (Z) 22, ピッチ円直径 (d_o) 11 mm, 歯先円直径 (d_a) 12 mm, 歯幅 (b) 1.5 mm である。歯車特性の比較のために市販のポリアセタール (POM) およびアクリル (PMMA) の丸棒押出成形品を用いて Hob 盤により機械加工した。なお、エポキシ系光硬化性樹脂 (PSEP) の平歯車は厚さ 2 mm の真鍮板に直径 12 mm の穴を開けた型に注型し、UV 照射硬化させた後、ポストキュアを行った。注型された円板は Hob 盤により所定サイズの歯車に機械加工した。光造形及び Hob 盤加工による平歯車を図. 3 に示す。

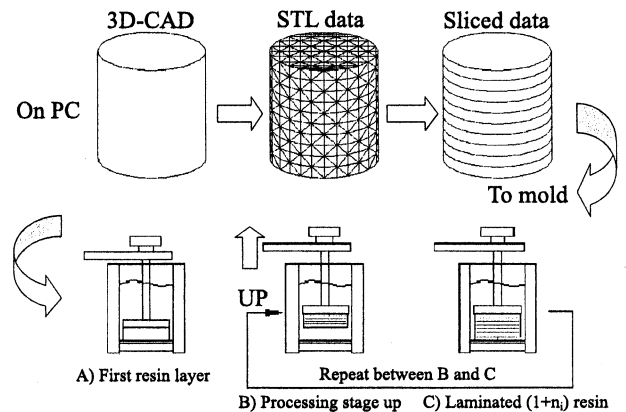


Fig. 2 Schematic drawing of molding procedure for stereo lithography.

Table 2 Specification of spur gear molded in this experiment.

Spec	Test gear	Drive gear
Module (mm) (m)	0.5	0.5
Number of teeth (Z)	22	44
Pitch diameter (mm) (d_o)	11	22
Tip diameter (mm) (d_a)	12	23
Face width (mm) (b)	1.5	2.0
Sector span (mm) (W)	3.844 (k=3)	6.950 (k=5)
Gear ratio (i)	0.5	

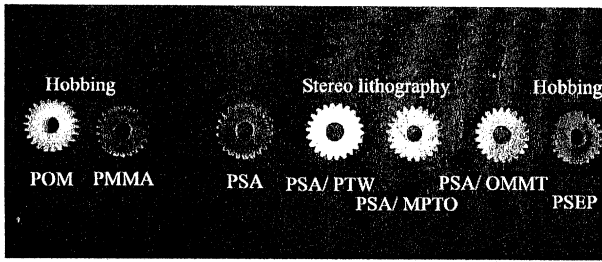


Fig. 3 Super gear of various material processed by stereo lithography and hobbing.

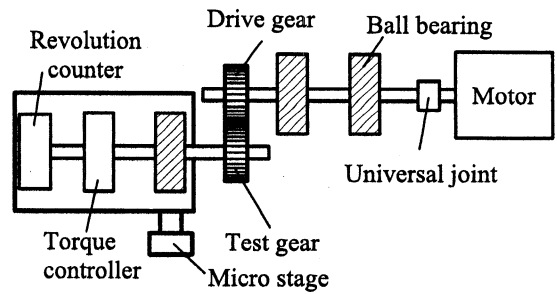


Fig. 5 Fatigue testing apparatus for super gear.

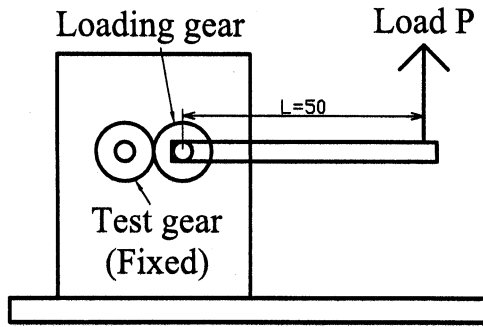


Fig. 4 Device to measure dedendum bending strength using principle of leverage.

2.4 歯元曲げ強さ

歯元曲げ強さを測定するため図.4に示すような装置を設計製作した。この装置は試験歯車を固定し、SUS 304材の負荷歯車とピッチ円上で噛み合わせ、負荷歯車に取り付けたレバーを回転中心から半径方向に腕を伸ばし、50 mmの位置で腕に直角方向に荷重を負荷して試験歯車の破壊荷重を求め回転トルク T [Nm] を求めた。この回転トルク T は次の式 (1) に示すルイスの式^{7),8)}に代入して歯元曲げ強さ σ_b を求めた。

$$\sigma_b = 2000 TZ / by'd.^2 \quad (1)$$

ここで、2000 はルイスの計算式に関わる各係数を整理した数値である。Z は歯数、 d_o はピッチ円直径である。y' は歯数と圧力角によって決まる歯形係数で、0.559 とした。

2.5 歯車の疲労強度

歯車の耐久試験、すなわち、疲労強度試験は筆者らが製作した図.5に示す装置を用いて行った。同装置のモーターの回転運動は自在継ぎ手を介して、SUS 304 の動力歯車(モジュール $m=0.5$ 、歯数 $z=44$ 、ピッチ円直径 $d_o=23$ mm)とピッチ円上で噛み合わせた試験歯車に伝達されるようになっていて、同軸に取り付けたブレーキ(磁気トルク負荷装置)により試験歯車に負荷トルク 10~150 Nmm の範囲で負荷した。試験歯車の回転速度は 500 rpm 一定とし無潤滑状態で運転を行ない試験歯車が破壊し回転運動の伝達が停止したときの回転数 N を積算回転計から読み取り、この N を破壊寿命(片持ち曲げ疲労強度)とした。繰返し応力は先の負荷トルクをルイスの式に代入して得た曲げ応力を応力振幅 S とし、繰返し回転数 N との関係を示す S-N 線図としてまとめ、歯車の耐久性、すなわち、片振り、正弦波片持ち曲げ応力振幅 (=平均応力) 下において疲労強度を評価した。

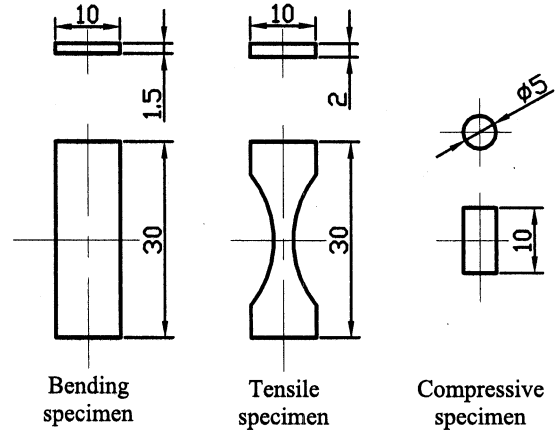


Fig. 6 Various specimens processed by stereo lithography.

2.6 機械的物性の評価

光造形による成形品の機械的物性を測定するため図.6に示すような引張、曲げ、圧縮の各種試験片の成形加工を行った。マイクロビッカース硬さ試験に用いた試料は曲げ試験後の試片を用いた。これらの成形加工品はセン特殊光源(株)製ハンディキュアラブによりポストキュア(以後: Post-C と呼称)処理を行ない、試験片面に対し垂直方向から照射し硬化反応を均一になるようにした。この硬化処理は物性値に著しく影響するため照射時間を種々変化させて最適 Post-C 時間を求めた。一方、光硬化性樹脂複合材の引張、曲げ試験片は、JIS K 7162 の IBA 型、JIS K 7171 の標準形状・寸法に準拠したもので放電加工により作製した型を用いて注型(Casting)加工を行った。注型後は、表・裏各 20 分間紫外線照射により硬化させた。なお、物性値を比較するために旭化成(株)製の汎用アクリル樹脂デルバット(以後 PMMA と呼称)は成形温度 250°C、射出圧 15 MPa、金型温度 50°C で簡易型射出成形機により成形加工を行った。機械的物性の測定は東洋精機製作所(株)製のストログラフ V 10-C と(株)Taiyo 社製のマイクロビッカース硬さ試験装置によった。なお、各実験に供した各種試験片数は 3~5 本とし、その算術平均値を物性値とした。

3. 結果と考察

3.1 光硬化性樹脂の機械的物性に及ぼすポストキュアの影響

引張 σ_t 、曲げ σ_b 、圧縮 σ_c の各強さ及びマイクロビッカース硬さなどの機械的物性に及ぼすポストキュア (Post-C)

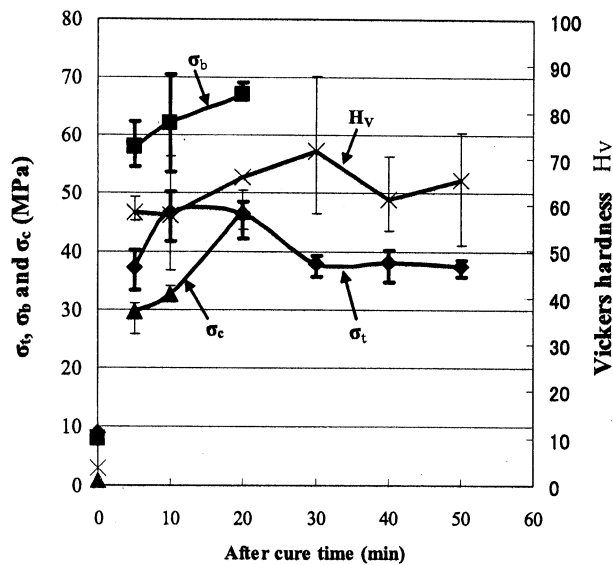


Fig. 7 Dependence of post cure time on mechanical property of photo setting resin (σ_t : tensile strength, σ_b : bending strength, σ_c : compression strength)

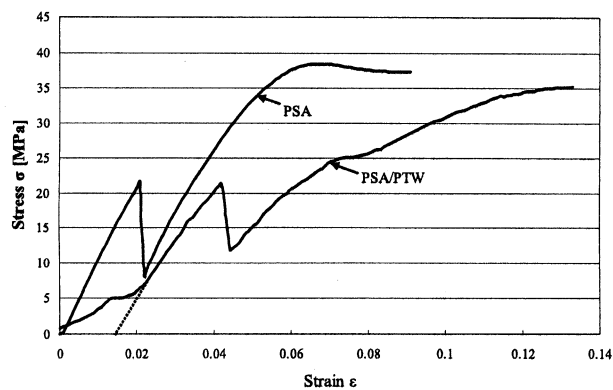


Fig. 8 Stress-strain diagrams for PSA and PSA/PTW composites.

時間の影響について PSA で検討したのが図.7である。同図に示すように σ_t は 20 分、硬さ Hv は 30 分の Post-C 時間で最大値に達する。これを越える Post-C 時間では漸次減少し 40 分に達するとはほぼ一定になる。このことから、最適な Post-C 時間は 20 分程度であることが分かった。 σ_b 、 σ_c については、 σ_t および Hv の結果から類推し同様の Post-C 時間とした。従って以降は Post-C 時間を 20 分と設定した。また複合材 PRCs では、光の透過量を考慮し、30 分とした。

図.8 に Post-C 時間 20 分の PSA と PSA/PTW 複合材の引張応力-ひずみを示した。この図より、両者とも 22 MPa 程度の降伏応力を示した後、著しい応力減少を示し、さらにひずみの増加とともに応力は 35~43 MPa に達した後破断に至る特異な応力-ひずみ線図を示す。この特異性は試料のスキン層とコア層の架橋密度に依存していると思われる。すなわち、降伏応力に至るまでは架橋密度が高く、剛性の高い表面層で負荷荷重を担い、降伏点で表面層が破断すると今度は架橋密度の低く比較的軟らかいコア層が

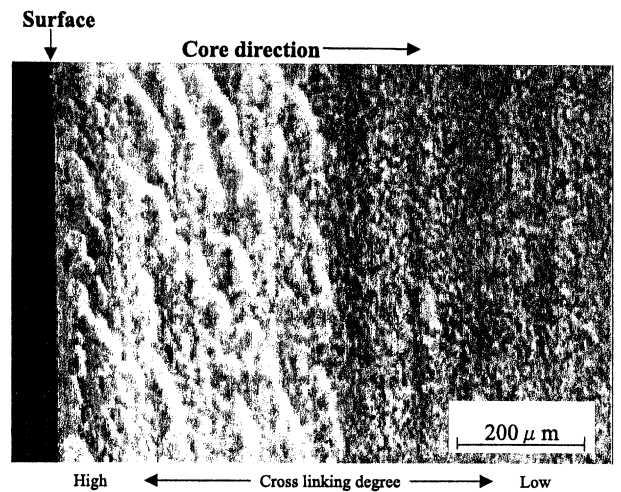


Fig. 9 Morphology from surface layer to core layer of PSA observed with an optical microscope.

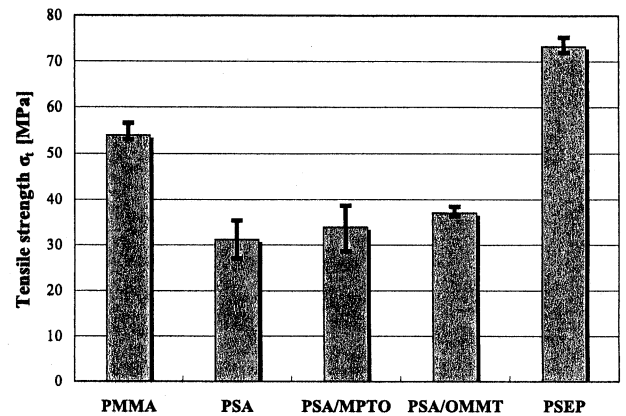


Fig. 10 Tensile strength for photostetting resin (PSR), PSR composites and marketing PMMA

変形しやすいと推定される。また、PSA/PTW 複合材において応力が 0.02 のひずみに達するまで緩やかに増大するのは試験片チャッキング部の滑りによるもので、これを越えたひずみになると直線的に増大する。実際の σ - ϵ 線図は破線で示したようになる。PSA の破断面付近の光学顕微鏡写真を図.9 に示す。同図から明らかのように表面から中心部方向に約 500 μm 近辺を境に二層になっているのが判る。つまり、表面層は Post-C 時間の影響を顕著に受け架橋密度が高く、光の届き難い内部層では架橋密度が低くなっているものと推定される。さらに、各種光硬化性樹脂複合材の引張強さと 3 点曲げ強さをそれぞれ図.10、図.11 に示す。PSA/OMMT 複合材では既報¹⁰⁾の PA 6/MMT ハイブリット材などと同様に機械的物性に及ぼす充填材効果は顕著に見られる。また PSA/MPTO 複合材では伸びが 50% 増大した。弾性係数が高い、伸びが大きいなどの要因は先述の様に架橋密度依存性が高いと考えられる。たとえば、PSA/OMMT 複合材などは比較的透明で光硬化に問題ないが、PSA/MPTO 複合材では白色化しており、ポストキュア時の光（紫外線）の透過量が低下するため、中心部で架橋密度が下がることから伸びは大きくなったものと考えられる。一方、PSEP の引張、曲げ

強さにおいても充填材効果が期待できる。図.12に PSA/PTW, PSA/MPTO 複合材の引張破断面の SEM による中心部近傍の破面モルフォロジーを示した。PTW, MPTO の添加量は 1 wt% であるためその分布状態を評価するまでに至らないが充填材の混在は明らかに確認できた。

3.2 光造形歯車の加工精度

図面寸法に対する成形歯車の寸法精度を表 3 に示す。これから明らかなように各部の寸法精度は -1.26~4.43% の範囲で歯車の加工精度はいずれも等級外であった。特に歯幅 b の寸法精度が低い。歯幅 b の寸法精度の低さは紫外線の強さと照射時間に著しく影響される⁹⁾。特に、充填材を含む複合材歯車では光の透過が難しく硬化開始時の光量、すなわち、必要な臨界露光量が大きくなるため同一成形条件においては PRCs 歯車の歯幅の寸法精度は PSA のものに比べ低くなるものと考えられる。そのため、比較的光透過度の良い PSA/OMMT 歯車に比べ、白濁している PSA/PTW, PSA/MPTO 歯車では、寸法精度が低い。また充填材混入による光の散乱により硬化度（架橋密度）に差が生じ硬化層厚だけでなく硬化幅にも影響する。特に、歯先と歯幅端のコーナー部分がシャープ度に欠ける。

3.3 歯元曲げ強さ

歯元曲げ装置により求めた結果を図.13 に示す。この結果より市販の PMMA よりも複合化した PRCs が高い強度

を示す。また図.14 に示す PMMA 歯車では、最も応力集中の生じる歯元から破壊するのに対して PSA (及び PRCs) 歯車では歯元でクラックが発生し、クラックは軸穴と歯底円の中間部付近を円周方向に伸展している。これは引張破壊と同様に、歯車の表面に比べ内部の架橋密度が低いことに因る塑性変形のし易さによるもので、歯元で折損する PMMA 歯車に対し PSA 歯車では硬い表層部で曲げ荷重を受けてクラックが発生し、比較的フレキシブルな内部で緩和されることによるものと推定される。

3.4 光造形歯車の疲労強度（耐久性）

PSA, PSEP および PRCs の力学的耐久性を示す S-N 曲線、すなわち、時間疲労強度線図を図.15 に、また比較のために汎用プラスチック PMMA と歯車素材として最も多用される POM, そして佐藤ら⁹⁾によるポリカーボネート (PC) の平面曲げ疲労試験 (JIS K 7119) データを加

Table 3 Dimensional accuracy of molded super gear

Materials	PSA	PSA/PTW	PSA/MPTO	PSA/OMMT
Tip diameter : d_t	+0.05%	+1.34%	-1.26%	+0.03
Face width : b	+4.39%	+3.24%	+3.28%	+3.36%
Sector span : W	+3.78%	+4.43%	-0.19%	+3.15%

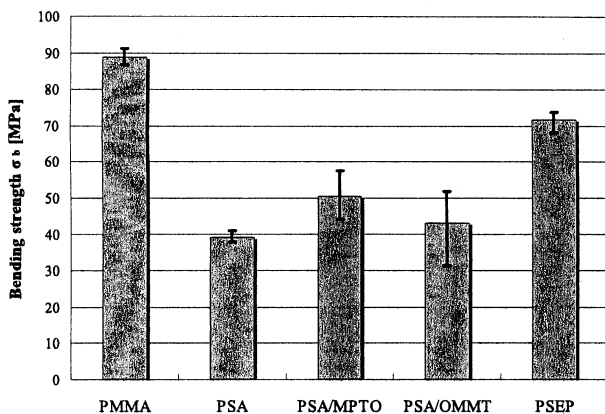


Fig. 11 Bending strength for photosetting resin (PSR), PSR composites and marketing PMMA

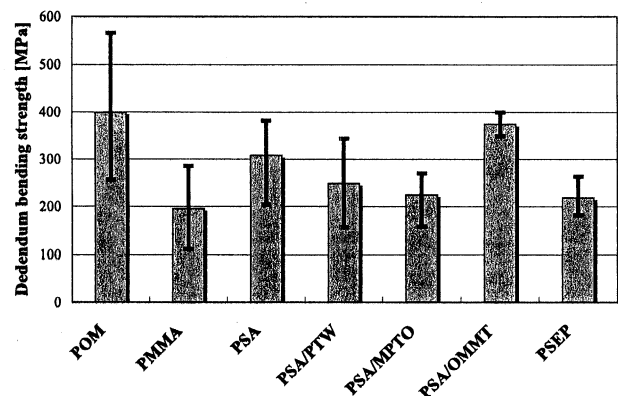
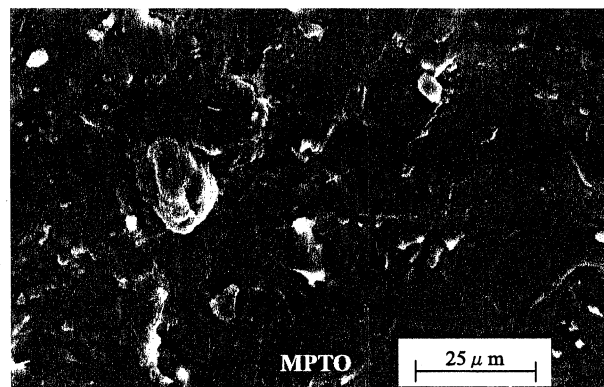


Fig. 13 Dedendum bending strength of gears made from various materials



a) PSA/PTW



a) PSA/MPTO

Fig. 12 Morphology of core neighborhood PSA composites observed with a scanning electron microscope (SEM)

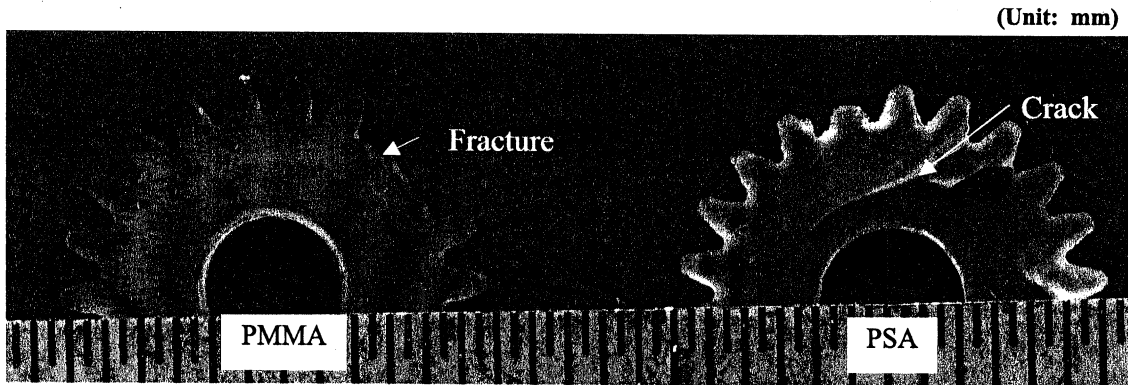


Fig. 14 PSA and PMMA gears destroyed by dedendum bending test

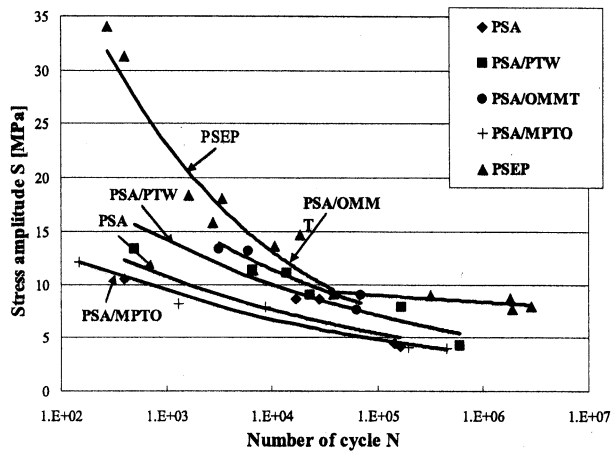


Fig. 15 S-N curves for neat PSA, PSEP and PSA composites

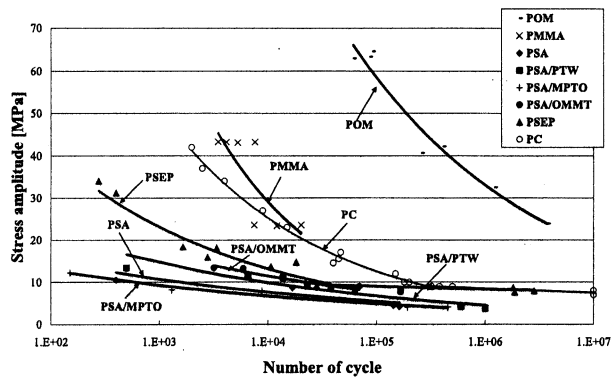


Fig. 16 S-N curves obtained by fatigue test of gears made from various materials (PC : Plane bending fatigue test)

え図. 16 に示した. 繰返し数 $N=10^3$ 回付近の時間強度を基に比較すると PSR の中では, PSEP が非常に高い値を示すのに対して PSA ではその 2/1 程度の強度を示す. $N=10^5$ 回を超えると 6 MPa 程度の強度に収束する. PRCs の疲労強度は PSA/MPTO 複合材を除く他の PTW, OMMT 充填複合材の疲労強度は向上し, PC の 2/3 程度の疲労強度を示す. しかしながら, 市販の PMMA, POM 材の疲労強度に比べ著しく低い. これらのことから PSA/

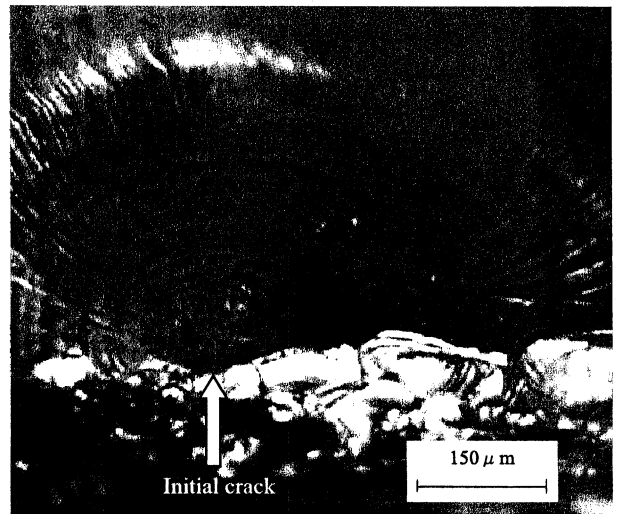


Fig. 17 Fatigue fracture morphology observed with an optical microscope of PSA surface fractured at $N=10^6$

OMMT 及び PSA/PTW の歯車耐久性は充填材の影響を受けることが分った. 光学顕微鏡による PSA 歯車の疲労破壊モルフォロジーを図. 17 に示す. 同図から明らかなように疲労破壊は歯元に応力集中が生じ, これを起点に矢印で示す位置から初期クラックが発生, 進展して, 砂浜の砂紋状に広がるビーチマーク及びストライエーションが見られ, 疲労破壊特有の貝殻状模様が確認された.

4. 結 言

光硬化性樹脂の紫外線照射による光造形加工を行ったところ成形品性能, 特に, 寸法精度と強度は紫外線レーザー光のパワーと照射時間に依存すると共に光束径の大小に支配される. 歯車特性及び機械的物性はポストキュアの影響を著しく受け, キュア時間は PSA 及び PSEP においては 20 分, PRCs においては 30 分程度が最適であることを明らかにした.

PRCs 歯車の歯元曲げ強さは 220~375 MPa で PSA 歯車の 0.73~1.2 倍で充填材の影響が顕著に認められた. また繰返し数 $N=10^4$ 回における歯車の時間疲労強度は複合化による充填材効果により約 0.86~1.3 倍向上した. 光硬化性樹脂の応力 - ひずみ線図は表面層と内部層の架橋密度の

違いにより特異な線図を示し、荷重負荷の初期に表面層破壊による降伏応力を示した後、応力は再び上昇し、35~40 MPaに達したところで内部層の破断が生じるため、鋸歯状応力-ひずみ線図を示した。

PSA/OMMT 複合材の引張強さ及び曲げ強さはPSAの1.2倍、弾性係数は2倍向上する。同様にPSEPでは、引張強さ及び弾性係数は約2倍高い値を示す。

以上のことから、光硬化性樹脂の各種物性はポストキュア由来の架橋密度と充填材の影響を著しく受けることを明らかにした。

謝辞：本研究の遂行に当たり、元工学院大学機械工学科非常勤講師（現プラスチック成形加工学会事務局長）の久保田和久先生には、歯車耐久性試験装置の設計・製作の面で多大な労力とご助言を頂いた。この場をお借りして深謝の意を表します。

追記：本研究は文部科学省「ハイテク・リサーチ・センター整備事業」研究開発プロジェクト「マイクロ先進スマート機械・マイクロバイオシステム」の中の一課題として遂行されたものである。

参 考 文 献

- 1) 田畑米穂：UV, EB 硬化技術Ⅲ（今村正人, 高木太郎, 渡辺毅編, 214(1997), シーエムシー出版
- 2) 林照剛, 三好隆志, 高谷裕浩, 高橋哲：精密工学会誌, 67(4), 629(2001)
- 3) Ikuta, K., Maruo, S. and Kojima, S.: *MEMS*, 98, 290(1998).
- 4) Takahashi, S., Inazuki, Y., Kajihara, Y. and Takamasu, K.: *Proceedings of ASPE annual meeting*, 2005, 1729(2005)
- 5) 井上宏之, 芳賀誠士, 丸尾昭二：電学論, 126(6), 216(2006)
- 6) 高瀬英明：成形加工, 19(2), 68(2007)
- 7) 精密工学会, 成形プラスチック歯車研究専門員会：成形プラスチック歯車ハンドブック(庄司彰編), 358(1995), シグマ出版
- 8) ポリプラスチック技術シリーズ：ジュラコン歯車
- 9) 山口章三郎, 佐藤貞雄, 浜本準一, 橋本一行, 神山善明：材料, 36, 153(1987)
- 10) 朱世杰, 市山誠治, 臼杵有光, 加藤誠：日本機械学会年次大会論文集, 2005, 555(2005)

2. 3次元マイクロナノ形状加工技術開発に関する研究

2. 3 マイクロ・ナノ規則性構造材料創製技術の開発と

マイクロバイオシステムへの応用

応用化学科 小野幸子, 阿相英孝

Department of Applied Chemistry, Sachiko Ono and Hidetaka Asoh

1. はじめに 小テーマ 2.3 では, マイクロ・ナノ規則性構造材料創製技術の開発を主目的とし, ドライブプロセスに基づく既存のリソグラフィ技術ではなく, ウエットプロセスの中でも特に自己組織化構造を電気化学的な手法を用いて半導体基板等に転写する新たなリソグラフィ技術を提案し, シリコン基板をはじめとする固体基板表面にマイクロメートルあるいはナノメートルオーダーで微細なパターンを形成する加工法を見出した。

本手法は, 既存のトップダウン型プロセスと比較し, 特別な装置を利用しない点から大幅な低コスト化が見込まれる。また, マイクロ・ナノレベルで規則性を持つ構造材料は, 太陽電池・センサーなど様々な分野での応用利用が期待されることから, 今後も継続して関連技術の開発を検討する重要性は高い。ここでは, これまでの研究成果の代表例として, 「自己組織化構造をマスクとして利用したシリコン表面のマイクロ・ナノパターニング」に関する結果を報告する。

2. 自己組織化構造をマスクとして利用したシリコン表面のマイクロ・ナノパターニング

2.1 Introduction

Recently, ordered nanostructures with sub-100nm feature sizes on semiconductor materials have generated considerable interest owing to their unique electronic, optical, magnetic, or biological characteristics. The techniques commonly used for the fabrication of such devices are conventional lithographic techniques using optical, electron, or X-ray beams. Nevertheless, they are not suited for large-scale patterning because of their low throughput and high cost. Natural lithography [1] based on a self-organizing process has recently attracted increasingly greater attention as a key method for nanofabrication owing to its relative simplicity and low cost.

Many studies have been reported on the nanopatterning of semiconductors using self-ordered anodic porous alumina and self-assembled colloidal particles [2-4]. In particular, anodic porous alumina has attracted considerable interest as a promising candidate for a host or template structure used to fabricate various nanodevices [5-10]. In addition to the conventional self-ordering conditions formed in sulfuric acid at 25 V [11], oxalic acid at 40 V [12] and phosphoric acid at 195 V [13], yielding 63 nm, 100 nm and 500 nm pore intervals respectively, new self-ordering conditions in the voltage range from 10 V to 240 V, which correspond to 25 nm to 600 nm pore intervals, have recently been realized [14-18].

Porous materials formed using spherical colloidal particles as templates have attracted considerable attention because of their application in unique optical devices such as photonic crystals. Using an inverse opal structure, which can be produced only in the voids between the particles, it has been possible to fabricate various types of porous material by changing matrix materials, such as polymers, ceramic materials, inorganic semiconductors and metals [19]. Several studies have been reported on the nanopatterning of solid substrates using self-assembled colloidal spheres used as a mask [3, 20, 21]. We focused on the electrochemical processes in fabricating an ordered pattern using colloidal crystals as a mask [22, 23], and also proposed a unique fabrication method by size- and shape-controlled nano-/micro-patterning based on a combination of colloidal crystal templating and anodization [24, 25]. As an application of this method, the fabrication of metal nanostructures by electroless metal deposition using colloidal crystals as a mask can be performed. The fabrication of various metal nanostructures such as wires, tubes, and dot arrays, has attracted considerable attention owing to their potential use in magnetic, electronic, and optoelectronic devices.

In this paper, we introduce our novel approaches to the application of self-organized anodic alumina and colloidal crystals to the nanofabrication of silicon surfaces with sub-100nm feature sizes suitable for large-scale production in an aqueous solution.

2.2 Fabrication of hole arrays on Si using self-organized anodic alumina

Figure 1 shows the current density transient for anodizing the Al film sputtered on the Si substrate. During the first constant-current stage up to point a, the anodization of Al on the Si substrate was in progress. Then, current decreased suddenly and a visible change in the color of the $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}/\text{Si}$ structure was observed (point b). When the Al film was consumed completely, the current reached a minimum value (point c). Further anodization resulted in a subsequent sharp increase in current followed by gas evolution, implying the local detachment of the film from the Si substrate under the pore. After observing the first sharp peak of current, a second broad peak was observed. This indicates that the Si substrate was anodized in the entire area of the specimen resulting in the destruction of the porous film by extensive gas evolution. The transformation of the nanostructure of the anodic porous alumina grown on the Si substrate was comparable to the current transient during anodic alumina film formation.

When anodization was stopped at the current minimum point c and the anodic alumina film was subsequently removed, the geometric pattern that remained on the Si substrate was observed using AEM. As shown in Fig. 2 (a), convex features, which were suggested to be silicon oxide, were observed at the center of each cell, and arranged hexagonally over the entire area of the specimen. These results indicate that porous alumina directly formed on a Si substrate can act as a mask for the localized anodization of the underlying Si substrate without additional through-hole treatment of the barrier layer; that is, silicon oxide can be produced only in the conductive area between the barrier layer of a porous film and a Si surface.

To examine the pattern transfer of the anodic porous alumina onto the Si substrate, the anodized specimen was immersed in hydrofluoric acid (HF) solution to remove SiO_2 from the

center of each cell. In the case of chemical etching in HF solution, the selective removal of SiO₂ from the Si substrate was easily realized by utilizing the difference in chemical reactivity between Si and SiO₂ for HF treatment. After removing SiO₂ by wet chemical etching in HF, the concave pattern of the Si substrate was observed (Fig. 2b). The diameter and depth of the concave features were in the range of 60-80 nm and approximately 10 nm, respectively. That is, the transfer of the nanoporous pattern of the anodic alumina onto the Si substrate could be achieved by removing SiO₂, which was produced by the anodic oxidation of the local part of the Si substrate underneath the barrier layer corresponding to the pore base as illustrated schematically in Fig. 3.

The periodicity of hole arrays in a Si substrate is basically determined using the pore interval of the upper anodic porous alumina. In fact, nanohole arrays with a 60 nm hole periodicity are fabricated on a Si substrate by anodizing an aluminum film in 0.3 mol dm⁻³ sulfuric acid at 25 V and subsequently chemically etching this in HF as reported separately [26]. In addition, a column array structure, which is the reverse of the structure of the hole array, can be obtained by the selective etching of a Si substrate in KOH solution using silicon oxide as a mask [27].

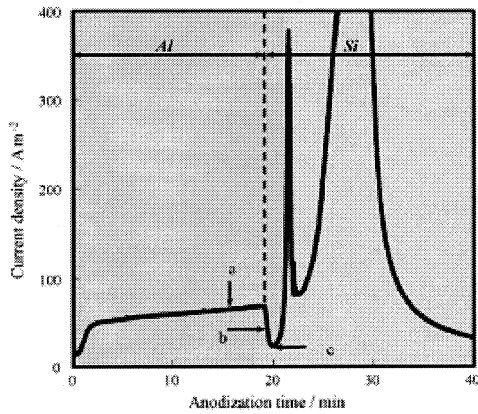


Fig. 1. Current-time curve for anodization of aluminum film sputtered on Si in 0.3 mol dm⁻³ oxalic acid at 40V.

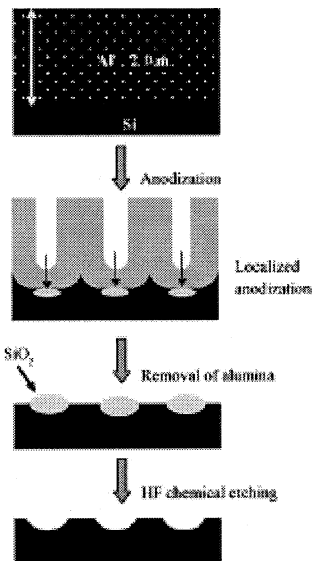


Fig. 3. Schematic illustration of patterning process by localized anodization of Si through anodic porous alumina as mask.

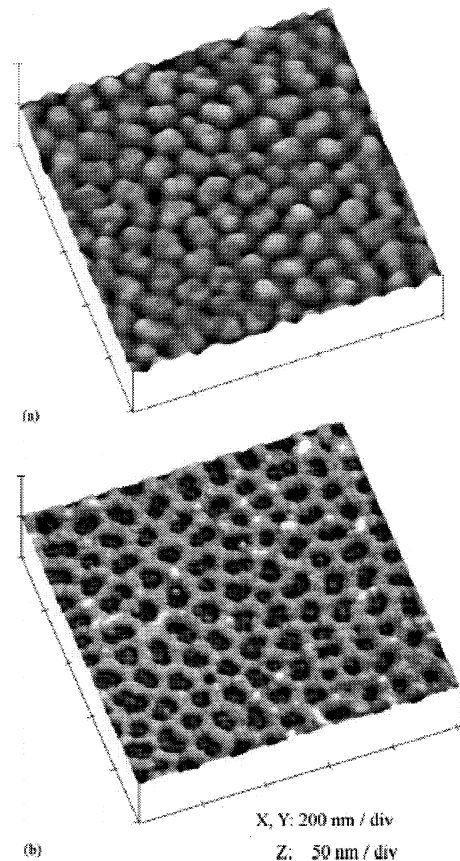


Fig. 2. AFM images of (a) nanodot array of SiO₂ and (b) nanohole array of Si after selective removal of SiO₂ in HF fabricated using anodic alumina as a mask.

2.3 Fabrication of metal honeycomb structure on Si using colloidal spheres as mask

Fabrication processes with a metal honeycomb structure on Si using colloidal spheres are shown in Fig. 4. After the fixation of polystyrene beads, the Si substrate is dipped into an adequate solution for electroless plating. The deposition of metals proceeds only at void spaces among spheres. After the deposition of metal particles, the PS beads are selectively removed by immersing the substrate in toluene to obtain a metal honeycomb structure.

Figure 5 shows SEM images of Cu particles deposited on Si substrate composing a honeycomb structure obtained using (a) 3- μm and (b) 475-nm sized PS beads as masks for electroless plating. This result indicates that the colloidal crystal can act as a mask for localized electroless plating in an aqueous solution. The framework of the Cu honeycomb pattern was composed of coagulated Cu particles with a size of approximately 50 nm.

When the electroless deposition was conducted in $\text{AgClO}_4 / \text{NaOH}$ solution, a Ag honeycomb structure was obtained as shown in Fig. 6 (a). On average, the size of the Ag particles is approximately 100 nm but it ranges from 10 nm to 250 nm. Similar to the case of copper deposition, Ag particles were deposited selectively among spheres using colloidal crystal as a mask to form a honeycomb pattern, although the size of the deposited copper particles is more uniform than that of the deposited silver particles.

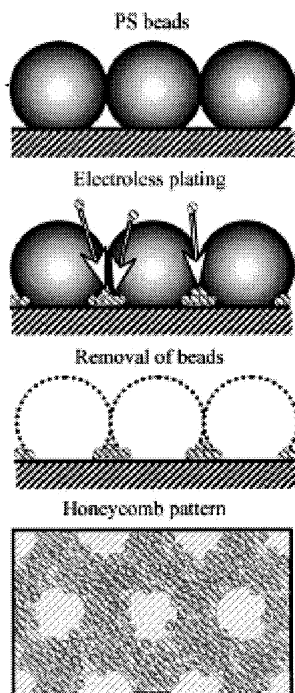


Fig. 4. Fabrication processes of metal honeycomb pattern by electroless plating on Si using polystyrene beads as mask.

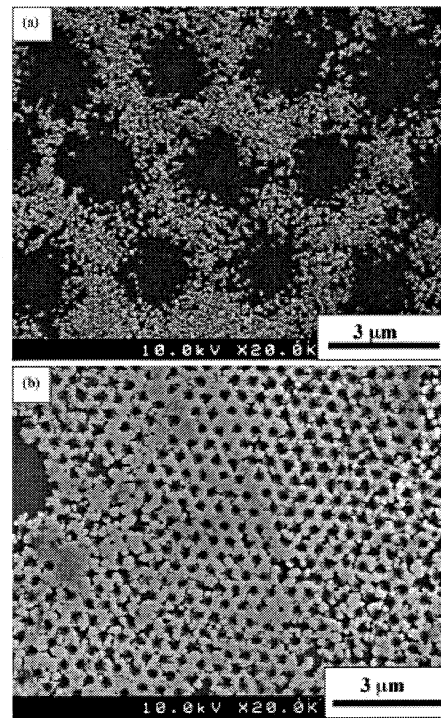


Fig. 5. SEM images of Cu honeycomb structure on Si substrate using (a) 3 μm and (b) 475 nm sized PS beads as masks for electroless plating.

2.4 Pattern transfer onto Si using Ag particles as catalyst

Recently, Tsujino and Matsumura [28] and other groups [29, 30] reported the metal-assisted chemical etching of a Si substrate using the catalytic effect of noble metals such as Ag, Au and Pt. The former report [28] indicated that cylindrical nanoholes in Si could be obtained by immersing Si wafers loaded with Ag nanoparticles into a solution containing HF and H₂O₂. According to this process, the fabrication of straight holes can be achieved using Ag particles as a catalyst. We applied this etching process to the nanopatterning of Si. After the formation of a honeycomb pattern of Ag particles on a Si substrate, the specimens were immersed in a mixed solution of HF and H₂O₂. As shown in Fig. 6 (b), the selective etching of Ag deposited areas proceeded to form a dot pattern onto the Si; which is the reverse of the pattern of the honeycomb structure, was obtained after etching for 3 min. When etching was prolonged to 30 min, the dot pattern was lost on the surface. Nevertheless, deep straight holes grown down vertically to the surface that were longer than 30 μm were found in a fractures cross section as indicated in Fig. 7. The diameter of the long holes appears to be around 100 nm, which is in agreement with the size of Ag particles. Ag particles were found at the tip of straight long holes as shown in the insert in Fig. 7 (b), which are comparable to the earlier report [28]. For details of pattern transfer using Ag particles, see separate papers [31, 32].

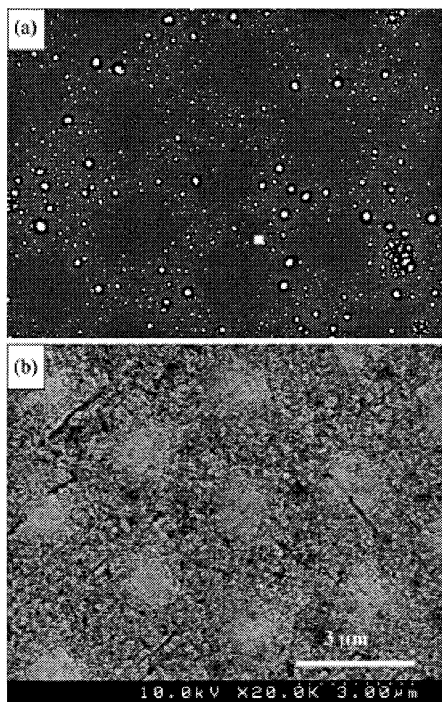


Fig. 6. SEM images of (a) Ag honeycomb structure on Si substrate using 3- μm sized PS beads as mask for electroless plating and (b) subsequently etched Si surface in HF/H₂O₂ for 3 min.

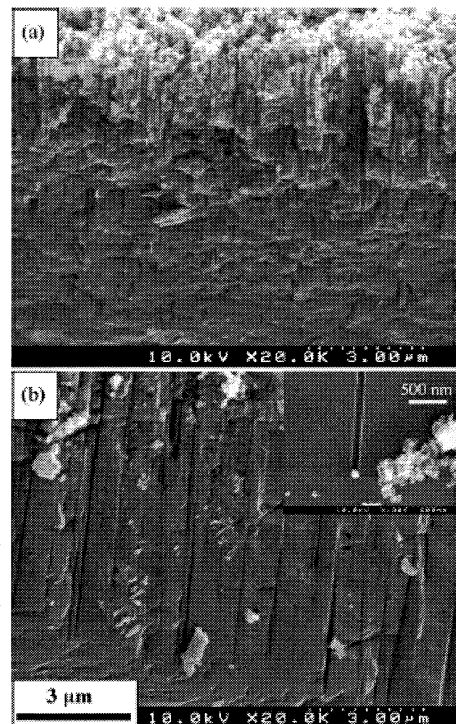


Fig. 7. SEM images of a fractured section of the Si substrate obtained after etching for 30 min of specimen having Ag honeycomb pattern shown in Fig. 6. (a) Near surface region and (b) intermediate area revealing deep straight holes grown down vertically to the Si surface. The insert indicates a deep hole having a Ag particle at the tip.

2.5 Conclusion

The nanopatterning of silicon using self-ordered materials such as anodic porous alumina and self-assembled colloidal spheres has been studied. The anodization of an aluminum film sputtered on a Si substrate to transfer the hexagonal array of cells of anodic porous alumina directly onto the underlying Si substrate was performed. Nanopatterning processes based on a localized anodization of Si and a subsequent chemical etching were developed to fabricate a dot array and a hole array on a Si surface. Furthermore, using anodic porous alumina, metal nanopatterns on a Si surface were fabricated by the electroless deposition of Cu nanodots in a CuSO_4/HF solution. AFM images as well as EDX analysis clearly showed regularly arranged Cu dot arrays formed on Si using anodic alumina as a mask. The periodicity of the Cu dot arrays, which was basically determined using the pore interval of the upper anodic alumina, was approximately 100 nm, corresponding to a formation voltage of 40 V. Using self-assembled colloidal crystals as a mask for an electroless deposition of metals such as Cu and Ag on the Si substrate, the patterning of an ordered honeycomb structure was achieved. In addition, by the combination of colloidal crystal patterning and wet chemical etching, a hexagonally arranged convex array on Si was also developed. The obtained patterned Si surfaces have potential technological applications in fields that need textured surfaces of controlled nanoscale periodicity and morphology owing to the relative simplicity and low cost of the processes used.

2.6 References

1. H. W. Deckman and J. H. Dunsmuir, *Appl. Phys. Lett.* **41** (1982) 377.
2. J. C. Hulteen and R. P. V. Duyne, *J. Vac. Sci. Technol. A* **13** (1995) 1553.
3. C. Haginoya, M. Ishibashi and K. Koike, *Appl. Phys. Lett.* **71** (1997) 2934.
4. K. H. Park, S. Lee, K. H. Koh, R. Lacerda, K. B. K. Teo and W. I. Milne, *J. Appl. Phys.* **97** (2005) 024311.
5. D. Crouse, Y.-H. Lo, A. E. Miller and M. Crouse, *Appl. Phys. Lett.* **76** (2000) 49.
6. W. Hu, D. Gong, Z. Chen, L. Yuan, K. Saito, C. A. Grimes and P. Kichambare, *Appl. Phys. Lett.* **79** (2001) 3083.
7. H. Masuda, K. Yasui, Y. Sakamoto, M. Nakao, T. Tamamura and K. Nishio, *Jpn. J. Appl. Phys.* **40** (2001) L1267.
8. F. Müller, A.-D. Müller, S. Schulze and M. Hietschold, *J. Mater. Sci.* **39** (2004) 3199.
9. M. Tian, S. Xu, J. Wang, N. Kumar, E. Wertz, Q. Li, P. M. Campbell, M. H. W. Chan and T. E. Mallouk, *Nano Lett.* **5** (2005) 697.
10. S. Z. Chu, K. Wada, S. Inoue and S. Todoroki, *J. Electrochem. Soc.* **149** (2002) B321.
11. H. Masuda, F. Hasegawa and S. Ono, *J. Electrochem. Soc.* **144** (1997) L127.
12. H. Masuda and K. Fukuda, *Science* **268** (1995) 1466.
13. H. Masuda, K. Yada and A. Osaka, *Jpn. J. Appl. Phys.* **37** (1998) L1340.
14. S. Ono, M. Saito and H. Asoh, *Electrochem. Solid-State Lett.* **7** (2004) B21.
15. S. Ono, M. Saito, M. Ishiguro and H. Asoh, *J. Electrochem. Soc.* **151** (2004) B473.
16. S. Ono, M. Saito and H. Asoh, *Electrochimica Acta* **51** (2005) 827.

17. S. Ono, N. Kato, M. Saito and H. Asoh, The ECS Meeting, Pits and Pores III: Formation, Properties, and Significance for Advanced Materials, Proceedings of the International Symposium, 2004, 34-42 (2004) The Electrochemical Society, Inc.
18. S. Tamura, H. Asoh and S. Ono, 111th Meeting of Surface Finish Society of Japan, Matsushima, Japan, September 13, 2004, p. 121 (abstracts).
19. P. V. Braun and P. Wiltzius, *Nature* **402** (1999) 26.
20. C.-W. Kuo, J.-Y. Shin and P. Chen, *Chem. Mater.* **15** (2003) 2917.
21. K. H. Park, S. Lee, K. H. Koh, R. Lacerda, K. B. K. Teo and W. I. Milne, *J. Appl. Phys.* **97** (2005) 024311.
22. H. Asoh, A. Oide and S. Ono, *Electrochem. Commun.* **8** (2006) 1817.
23. H. Asoh, K. Nakamura and S. Ono, *Electrochimica Acta* **53** (2007) 83.
24. H. Asoh, A. Uehara and S. Ono, *Jpn. J. Appl. Phys.* **43** (2004) 5667.
25. H. Asoh and S. Ono, *Appl. Phys. Lett.* **87** (2005) 103102.
26. H. Asoh, A. Oide and S. Ono, *Appl. Surf. Sci.* **252** (2005) 1668.
27. A. Oide, H. Asoh and S. Ono, *Electrochem. Solid-State Lett.* **8** (2005) G172.
28. K. Tsujino and M. Matsumura, *Adv. Mater.* **17** (2005) 1045.
29. X. Li and P. W. Bohn, *Appl. Phys. Lett.* **77** (2000) 2572.
30. S. Yae, Y. Kawamoto, H. Tanaka, N. Fukumuro and H. Matsuda, *Electrochem. Commun.* **5** (2003) 632.
31. H. Asoh, F. Arai and S. Ono, *Electrochem. Commun.* **9** (2007) 535.
32. H. Asoh, F. Arai and S. Ono, *ECS Transactions*, **6** (2007) 431.

3. 研究業績

【論文】 28 報

1. S. Ono, A. Oide and H. Asoh, "Nanopatterning of Silicon with Use of Self-Organized Porous Alumina and Colloidal Crystals as Mask", *Electrochimica Acta*, **52** (8), 2898-2904 (2007)
2. H. Asoh, F. Arai and S. Ono, "Site-Selective Chemical Etching of Silicon Using Patterned Silver Catalyst", *Electrochemistry Communications*, **9** (4), 535-539 (2007)
3. H. Asoh, A. Oide and S. Ono, "Formation of Microstructured Silicon Surfaces by Electrochemical Etching Using Colloidal Crystal as Mask", *Electrochemistry Communications*, **8** (12), 1817-1820 (2006)
4. S. Ono, M. Saito and H. Asoh, "Self-Ordering of Anodic Porous Alumina Formed in Organic Acid Electrolytes", *Electrochimica Acta*, **51** (5), 827-833, (2005)
5. A. Oide, H. Asoh and S. Ono, "Natural Lithography of Si Surfaces Using Localized Anodization and Subsequent Chemical Etching", *Electrochem. Solid-State Lett.* **8** (7), G172-G175 (2005)
6. S. Ono, M. Saito, M. Ishiguro and H. Asoh, "Controlling Factor of Self-Ordering of Anodic Porous Alumina", *J. Electrochem. Soc.*, **151** (8), B473-B478 (2004)
7. H. Asoh, M. Matsuo, M. Yoshihama and S. Ono, "Transfer of Nanoporous Pattern of Anodic Porous Alumina into Si Substrate", *Applied Physics Letters*, **83** (21), 4408-4410 (2003) 他

【著書】 4 報

- 1) 小野幸子, 最新 エレクトロニクス実装大全集下巻, 分担執筆 (仙波恒太郎編): 技術情報協会 p25-32 (2007.6)
- 2) H. Asoh and S. Ono, "Fabrication of ordered anodic nanoporous alumina layers and their application to nanotechnology", *Electrocrystallization in Nanotechnology* (G. Staikov 編) Chapter 7, p138-166 (Wiley-Vch, 2007)
- 3) 小野幸子, 阿相英孝, 図解 最先端表面処理技術のすべて, 分担執筆 (関東学院大学表面工学研究所編): 工業調査会 p254-257 (2006.12) チタン, スズ, 亜鉛およびニオブのアノード酸化によるナノポーラス酸化膜の作製
- 4) 阿相英孝, 小野幸子, 図解 最先端表面処理技術のすべて, 分担執筆 (関東学院大学表面工学研究所編): 工業調査会 p194-198 (2006.12) 微粒子の自己組織化を用いたナノ・マイクロパターニング

【学会発表】 150 件 (招待講演 14 件含む) [国際会議 47 件, 国内会議 103 件]

2. 3次元マイクロナノ形状加工技術開発に関する研究

2.4 サブミクロン精度の3次元転写技術に関する研究

畑村洋太郎、竹内孝次
グローバルエンジニアリング学部
機械創造工学科

1. まえがき

情報通信の容量や速度を増すためには、電気的な通信に加えて光通信を用いることになる。その基本構造は、電機・光・機械の三つが融合したマイクロな3次元構造になる¹⁾。この構造を実現するには、印刷技術のような薄い粉体層を転写する技術を用いてサブミクロン精度の3次元の構造を作ることである。そのために必要な技術は、①超微小な粉体のハンドリング技術、②超微小な粉体の混合技術が必要になる。これらの技術を踏まえて、3次元転写技術が可能になる。

粉体のハンドリングでは立体配線を粉体技術で製造する手法を筆者らが研究してきた²⁾。この技術は微小粉体の成形によって粉体の立体素子を作製する技術である。例えば、セラミックス積層基板の工程で、半導体集積回路の高集積度化、高密度化に伴い、プリント配線基板の超小型化へと技術が進んでいった。図1に示すように、円柱の底部が円錐状になっている容器に粉体を入れ、自然落下させると安息角をなして円錐を形作る。この円錐底面の径の大きさが配線幅になるように供給される粉体の量を制御しながら一定量の粉体を試料台に落とす。このときに導体部分(銅)と絶縁体部分(ガラス)とを組み合わせ、配線パターンを構成する。次に加圧し、一層目の配線パターンができ、これを重ねて加圧を加えながら焼結し、多層のパターンを作る。この手法は粉体で作るので多孔質なものが形成でき、放熱が容易であること、多層にわたり導体部分を接するだけで配線ができるのでスルーホール(下部と上部の層を導体にするための穴)自体が不必要になるために多層基板が容易に作れるなどの粉体特有の特徴を持っていることが分かった。この研究から得られたことは微小な粉体の流量を連続的に計測する粉体のハンドリング技術が必要であることである。本研究では微小粉体の流量を連続的に計測するための超微小粉体流量計と制御システムの開発を行う。その後、粉体混合の研究を行い、この両者の技術を用いて、サブミクロン精度の3次元転写技術の研究に入れることができる。

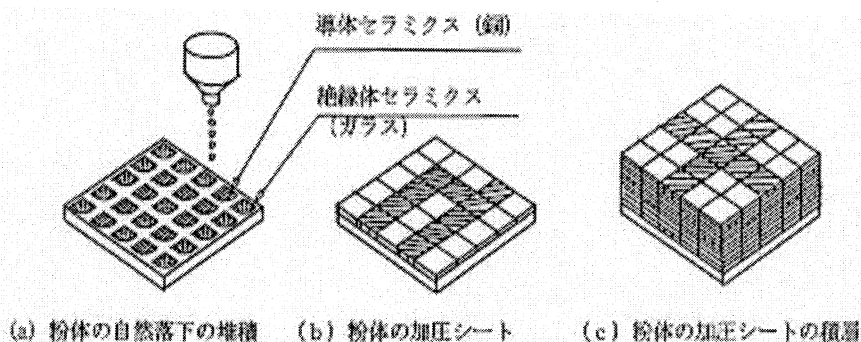


図1 立体配線基板の製造工程

2. 超微小粉体流量計の開発³⁾

超微細な粉体の複合材料の3次元構造体を作製するために、多種微量の粉体流量を連続的に計測する粉体のハンドリング技術が必須になっている。粉体の流量を計測する方法には粉体の全重量から流出によって変化する減量を測定する方式(例えば、ロスインウェイト式)と瞬時落下する粉体重量の反発力を利用して計測する方式(例えば、衝撃式流量計)とがある⁴⁾。前者は粉体重量の平均的な値から流量計を求めているので、常時変動する微小粉体を扱う場合には連続計測の対応ができない。後者は自然落下する粉体流量が斜板に当たる時に生じる反発力の水平方向の力を常時計測することができるので、この方式を用いる。しかし、このタイプのもは大流量用のものしかなく、微小粉体の流量を計測するには一工夫が必要になっている。そこで、本研究では粉体の微小粉体流量計測を行うために、新たに超微小粉体流量計の開発と、その流量を校正するための微小粉体荷重計の開発を行った。

2-1 微小粉体流量計と微小粉体荷重計の機能と構造⁵⁾

(1) 機能

多種の微小粉体を混合する場合や微量の粉体流量を正確に制御する場合に、連続的に安定性を保つ微量供給が出来なければならない。このような微小粉体流量を計測するには、センサの検出部が敏感に反応しなければならない。そのためには微小な流量を検出するための検出部の軽量化、耐環境性、構造の単純化などに優れていることが必須条件である。

(2) 基本構造(平行平板構造)

筆者らは粉体用の検出器の研究を行ってきた⁶⁾。その結果、平行平板構造を用いれば、構造が単純で、安定した性能を持つことが分かった。平行平板構造とは、図2に示すような角形断面を持つ梁に横方向から角穴をあけたもので、可動端と固定端とが上下2枚の平行平板で繋がっている構造である。この構造に上方向から力が加わると、可動端は下方向のみに選択的に変位し、他の方向からの力による変形は小さく、その影響は殆どないという特徴がある。

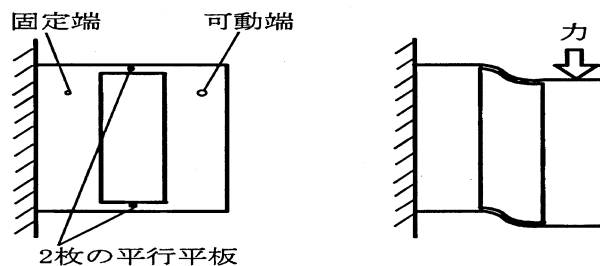


図2 平行平板構造

(3) 微小粉体流量計の構造

新たに考案した微小粉体流量計の構造を図3に示す。その主な構造は検出板、可動ブロック、固定ブロック、平行バネ、渦電流センサなどからなっている。

検出原理は微小粉体が検出板に衝突することで生じる反発力の水平方向の力が2枚の平行平板の変位を生じさせ、その変位を渦電流センサで検出し、変位量と流量との比例関係から流量を求める。

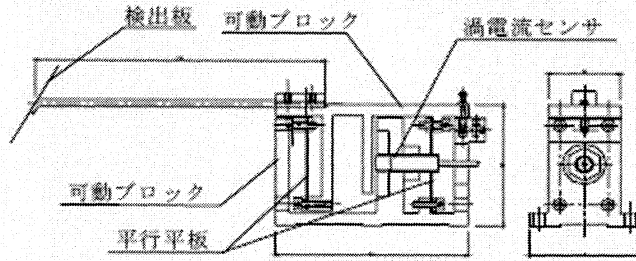


図3 超微小粉体流量計の構造

(4) 超微小粉体荷重計の構造

超微小粉体荷重計の構造を図4に示す。その構造は可動ブロックと固定ブロックとが薄い平行平板で繋がった構造を呈している。この検出原理は上部中心にある固定ブロックに力が作用すると、平行平板構造の原理で下方に変位し、それを渦電流センサで得た変位を荷重に変換する。

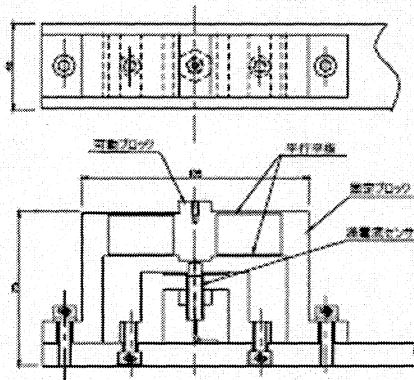


図4 微小粉体流量計の構造

2-2. 校正機能付超微小粉体流量計

(1) 校正機能付超微小粉体流量計の構造

前述の2-1 (2) (3) を組み合わせた構造が写真1に示す校正機能付流量計である。この検出機能はフィーダから流れてくる粉体を超微小粉体流量計の検出板で受け、流量を検出する。また、検出板から流れ落ちた粉体の重量を荷重計で計測し、時間当たりの重量を求めることにより、流量の確認ができる。この荷重測定は常時計測するのではなく、流量の検定が必要になった時に計測する。そのために、この超微小粉体荷重計は普段奥に入っており、計測時に出して使う構造になっている。

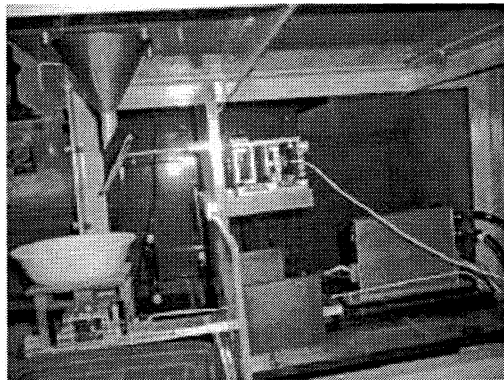


写真1 校正機能付微小粉体流量計

(2) 校正機能付微小粉体流量計の性能

微小流量計の性能を図5に示す。同図(a)は流量計の検出性能を示す(109((kg/h)/V)。同図(b)は荷重計の検出性能を示す(1423(g/h)/V)を示す。これらから、性能は線形性、非履歴性、感度ともに良好であることが分かる。図6は荷重計と流量計とを同時に計測した例である。粉体は8号珪砂、粒径106 μ m、密度2.5g/cm²を用いた。測定結果は上図の流量の値が正しいかをチェックするのが荷重計である。時間当たりの重量から流量を求めることで上図の流量の値が正しいかをチェックすることができる。例えば、5図の荷重計から、50~75sec間の重量の変化分はおよそ0.014kgf-0.005kgf=0.009kgfであるから、0.009kg/25secになる。これを時間当たり直すと1.3kg/hになる。流量計から得た流量の値と比べ、違ってれば補正することで、正しく流量を測定できることになる。

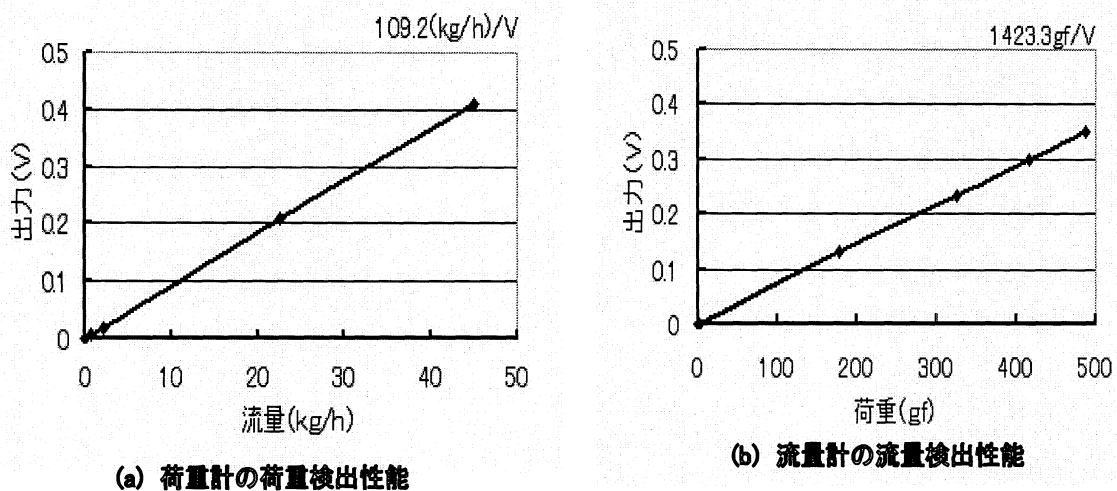


図5 校正機能付微小粉体流量計の性能

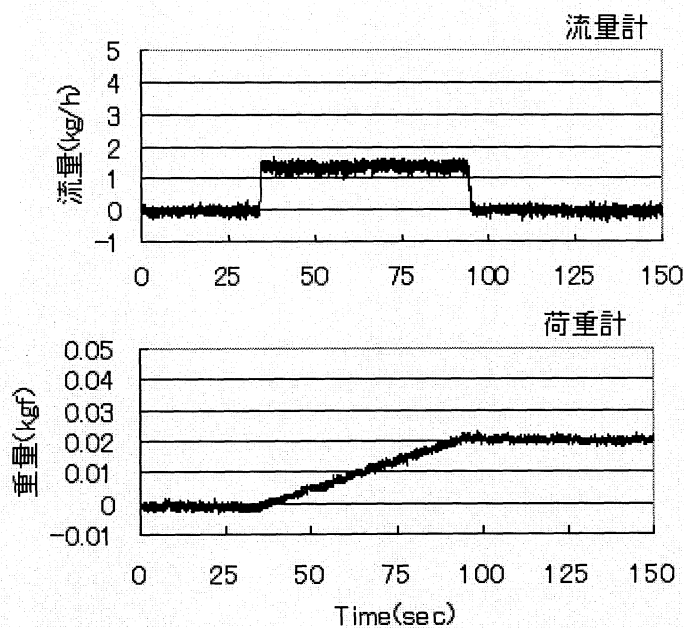


図6 校正機能付流量計の測定例

3. マイクロ粉体の定量供給システム

(1) 粉体の定量供給システム構成

マイクロ粉体の定量供給システムの構成図を図7に示す。供給機から自由落下した粉体が流量計の検出板に当たり、その横方向の変位を渦電流変位計で検出し、PCベース計測器を経由し、フィードバック信号としてインバータへ取り込むことで、供給機のモータの制御を行う。これらの波形はPCベース計測器からEthernetを通し、PCで流量波形をパソコンでモニターすることができる。また、流量計の検出板から流れ落ちる粉体量は渦電流変位計を用いた荷重計で重量計測ができ、必要時に流量の値のチェックを行うことができる。

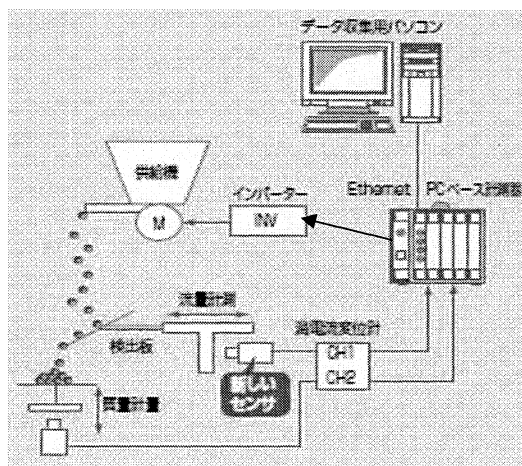


図7 粉体の定量供給システムの構成図

(2) 実験装置

開発した超微小粉体流量計を用いて上述の粉体定量供給システムに従い、作製された装置を写真2に示す。同写真は当該研究のために、(株)松井製作所製が新たに開発した供給装置（フィーダ）に微小粉体流量計と微小粉体荷重計が設置した。その機構はフィーダの円筒部から排出される粉体をスクリューの回転数で粉体量を決め、押し出されてきた粉体が自由落下で流量計の検出板に衝撃的に当たり、それによって生じる横方向の力を検出する。また、その横方向の力の検出には超微小粉体流量計の微小な変位を計測するために、新川センサテクノロジー(株)製が新たに開発した渦電流センサを用いている。

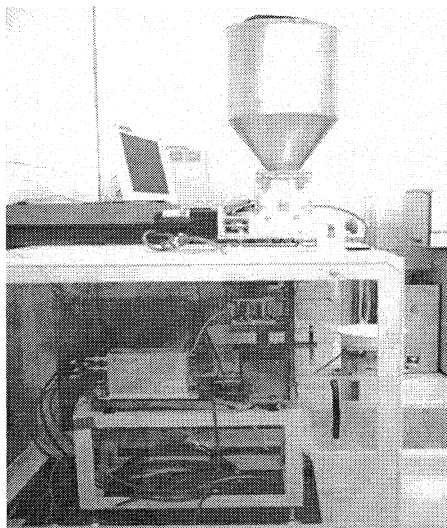


写真2 実験装置

4. 超微小流量粉体流量計を用いた定量供給システムの計測例

図8は定量供給システムで得られた計測例を示す。用いた粉体はB号ケイ砂（粒径 $100\mu\text{m}$ 、密度 $2.6\sim 2.7\text{g/cm}^3$ ）、平均流量は 1.1kg/h である。供給機から排出された流量の波形を変動の激しい波（赤）を示し、その値をフィルター(3sec)に通し、平均値を求めるなだらかな曲線になる。この波形を用いることで、流量制御が可能になる。

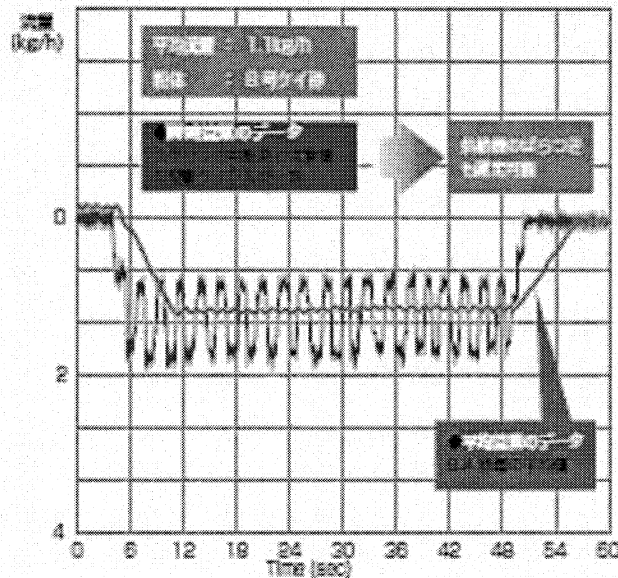


図8 定量供給システムで得られた計測例

5. おわりに

開発した超微小粉体流量計は微小粉体を直接傾斜板（検出板）で力を受け、その横方向の力を平行平板で検出する構造を用いたことで、安定した性能を得た。

粉体の定量供給システムではフィーダから排出する粉体の流量波形がスクリーンのピッチによって生じるので、波形の変動が大きく出るが、その平均値を取ることで滑らかな波形を得ることができた。この波形を用いることで流量制御の可能性を得た。

「参考文献」

- 1) 畑村洋太郎：“総説 新しい視点から見る粉体成形-サイロから IT 用素子まで-”、粉体工学会誌、38,809-815 (2001)
- 2) 竹内孝次、畑村洋太郎：“近年の流量計測の動向”、粉体と工業、Vol.38,PP.62-66 (2006)
- 3) 双紙正和：“粉体を用いた立体配線基板の試み”、東京大学卒業論文、(1991)
- 4) 井伊谷剛一、増田弘昭：“粉体プロセスの自動化” 日刊工業新聞社、P46 (1975)
- 5) 竹内孝次、畑村洋太郎：“衝撃式超微小流量計の試み”、粉体工学会、秋期研究発表論文集、PP.121-122(2004)
- 6) 畑村洋太郎、竹内孝次、中尾政之：“サイロ内で生じる物理現象の測定法”、粉体工学会誌、34,pp.4-15 (1997)

Ⅲ マイクロ環境下システム・要素の特性評価、診断技術の開発研究

大テーマ3 マイクロ環境下システム・要素の特性評価，診断技術の開発研究

3.1 マイクロスケール下異種材料界面の力学的挙動の解析ならびに環境強度評価

工学院大学 工学部 機械工学科
立野昌義，後藤芳樹，小久保邦雄

1. はじめに

電子デバイスに代表される微小な構造体には性質や形状の異なる様々な材料が組み込まれ，膨大な数の接合界面が含まれている．マイクロサイズ構造体の信頼性を確保するためには，接合界面における力学特性を十分考慮した評価・解析を行う必要がある．

一方で，構造体のマイクロ化の要求に伴い材料サイズに対する要求も微細化する．材料が微細化すれば，その結晶粒径や表面の微小なき裂の有無が材料強度に影響を及ぼす．また，従来までバルク材に適用されてきた材料評価技術をマイクロサイズ領域の材料に適用することが困難であるため，微小材料の力学的特性の評価技術を開発する必要がある．

本研究テーマでは，異材接合界面端ならびに半導体プロセスが利用できることからマイクロマシンの構造体や要素材料として期待されている単結晶シリコンの力学的特性評価に関する検討を行い，マイクロマシンの実現に向けての技術基盤を構築することを目的とする．

2. 研究経過

微小構造体および微小材料の力学的特性評価法を確立するため，異種接合界面を有する構造体の強度評価および結晶面異方性を有する単結晶シリコンの破壊靱性評価を行った．小テーマ 3.1 内における5年間(2003～2007年度)における取り組み状況について述べる，

2.1 異種材料接合界面の力学的特性評価手法の検討（成果概要は3章に示す）

- 2003年 接合界面強度評価を行うための実験装置の製作・改良および接合条件を明確にした．
- 2004年 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Ni}$ 接合体の引張強度に及ぼす界面端形状の影響を明らかにした．
- 2005年 接合温度条件および二次加工が接合体強度に及ぼす影響を明らかにした．
- 2006年 異種材料接合界面端における特異場パラメータを理論弾性論に基づき導出した．
- 2007年 特異場パラメータに基づく異種材料接合界面の設計法に関する可能性を検討した．

2.2 単結晶シリコンの破壊靱性評価（成果概要は4章に示す）

単結晶シリコンは半導体プロセスが適用できるため，微小構造体や要素への適用が期待されている．本研究では，単結晶シリコンの破壊に対する抵抗性および力学的信頼性を把握することを試みた．

- 2003～2005年 微小材料に関する強度評価に関する基礎検討
- 2006～2007年 単結晶シリコンに微小硬さ試験機の圧子を押し込んだときに発生する微小き裂の形態の荷重および結晶方位依存性を把握した．各主要面における破壊靱性値を明らかにした．

3. 成果報告 1 異種材料接合界面の力学的特性評価

3.1 研究目的

サイズにかかわらず構造体を設計・製造する際には、接合界面端に生じる応力集中を適切に評価し、これらを十分に低減させる必要がある。界面端には応力特異性(応力が無限大となる特性)が生じるため、界面端の強さは非破壊検査から得られる有限の応力値で評価できない。また、界面端近傍の要素を細かく分割した数値解析モデルを用いた有限要素法(FEM)や境界要素法(BEM)など界面端の応力場を特徴付けるパラメータの抽出が試みられているが、これらの方法にも限界がある。

微小な構造体を設計・製造する技術を確認するためには、理論弾性論に基づいた力学的パラメータの導出とこれらと実際の接合体との強度とを対応させて、強度評価を行う必要がある。

本研究課題では、実際に接合界面形状を操作した $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Ni}$ 接合体の引張強度結果と界面端特異場パラメータとを対応させた。この結果に基づき、特異場パラメータに基づく異種材料接合界面の設計手法の可能性についての検討を行った。

3.2 異材接合体モデルおよび特異場パラメータ

異材接合界面の力学的なパラメータは、図 1 に示す半無限平面の異種材料接合体モデルを基礎にして導出される。このモデルは異なる材料定数を有する二種類の均質・等方性材料が接合界面で完全に固定され、無応力・無ひずみの状態のまま一様に温度変化($T \rightarrow T - \Delta T$)した状態を仮定している。

この状態での界面端の応力は Mellin 変換した Airy の応力関数を用いて導出される。界面端応力場の特徴を示す特異性の次数を決定する特性方程式は式(1)のように表される。特異性の次数($\lambda=p-1$)を決める p は式(1)の特性方程式の根として求められる⁽¹⁾⁽²⁾。

$$D(\varphi_1, \varphi_2, \alpha, \beta; p) = A(\varphi_1, \varphi_2; p)\beta^2 + 2B(\varphi_1, \varphi_2; p)\alpha\beta + C(\varphi_1, \varphi_2; p)\alpha^2 + 2D(\varphi_1, \varphi_2; p)\beta + 2E(\varphi_1, \varphi_2; p)\alpha + F(\varphi_1, \varphi_2; p) = 0 \quad (1)$$

ここで、 p は界面上における変位の連続性の条件から $0 < \text{Re}(p)$ の範囲に存在する特性方程式の実数根である。式(1)の α, β は Dundurs の複合パラメータであり、式(2), (3)の変数で定義される。また、 k は剛性比 G_1/G_2 を示す。 G は横弾性係数である。

$$\alpha = \frac{km_2 - m_1}{km_2 + m_1}, \quad \beta = \frac{k(m_2 - 2) - (m_1 - 2)}{km_2 + m_1} \quad (2)$$

$$m_i = \begin{cases} 4(1-\nu_i) & \text{plane strain} \\ 4/(1+\nu_i) & \text{plane stress} \end{cases} \quad (3)$$

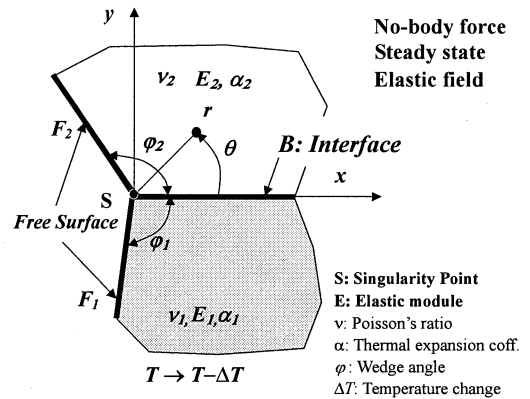


Fig.1 Model of bonded dissimilar materials

異材界面端近傍における熱応力は式(4)で表現され、特性方程式の j 番目の根を $p_j (j=1, 2, \dots, n)$ とすると式(1)の根 p_j に対応した解の一次結合の形で表される⁽²⁾。式(4)の第一項目は根 p_1 に対する特異解、第二項目は $p=1$ に対する特解(定数項)である。この応力は熱応力パラメータを用いて無次元化している。ここで、方向成分 h を $h=rr, r\theta, \theta\theta$ と定義している。

$$\sigma_h(r, \theta) / \frac{E_2 \alpha_2 \Delta T}{1 + \nu_2} = \sum_{j=1}^n K_{hj} \rho^{p_j - 1} + K_{hpa} \quad (4)$$

ここで、 $p-1$ は λ と置き換えられ応力特異性指数と定義される。 K は応力強さの尺度を示すパラメータとなる。 E_2, α_2 は領域 2 の弾性係数および熱膨張係数であり、 ρ は接合端からごく近傍の距離 ρ を接合体形状の基準長さ $a (\rho \ll a)$ で除した無次元長さである。

ここで、第一項目の式(1)の根が $0 < \text{Re}(p) < 1$ にあるときは、べき関数型 (r^{p-1}) の特異性 $O(r^\lambda)$ を示す。 $\text{Re}(p) > 1$ のときは、べき関数型の特異性が消失 $O(1)$ する。ただし、式(5)を満足する場合 $p \rightarrow 1$ が特性方程式 D の重根となる。

$$\left. \frac{dD}{dp} \right|_{p=1} = 0 \quad (5)$$

応力特異場を特徴付けする因子は、応力特異性指数 ($\lambda = p - 1$)、応力強さ K_{hj} 、および熱応力の定数項 (特解) K_{hpa} である。これらのパラメータは限定された幾何条件 ($K_{hj} : \varphi_1 = \varphi_2 = 90^\circ$, $K_{hpa} : \varphi_1 + \varphi_2 = 180^\circ$) でのみ導出されているが、任意の界面幾何条件下においては明らかにされていない。本研究では、平面ひずみ状態を想定し、 $\lambda(p-1)$ や K_{hj} , K_{hpa} に及ぼす界面端幾何形状の影響を明らかにした。(2006年度の中間報告資料を参照)

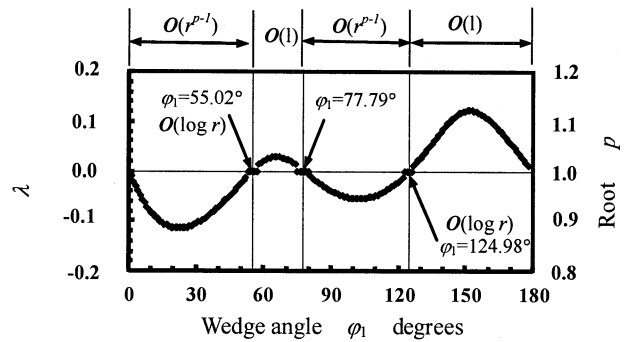


Fig.2 Effect of φ_1 on stress singularity index λ
 $E_2/E_1=0.5, \nu_1=0.27, \nu_2=0.3$

3.3 界面端幾何学条件変更による特異性消失

応力特異性指数の大きさや特異性のタイプは界面端幾何条件 (φ_1, φ_2) にも依存する。図2には解析結果の一例として、 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Ni}$ を組み合わせたときの材料定数の組み合わせを $E_2/E_1=0.5, \nu_1=0.27, \nu_2=0.30$ と設定し、 $\varphi_1 + \varphi_2 = 180^\circ$ 一定条件下における $\lambda(p-1)$ に及ぼす φ_1 の影響を示す。

この図から、式(5)を満足する根 $p \rightarrow 1$ を示す幾何条件が明らかになり、これを目安にして、特異性の種類 ($O(r^\lambda); 0 < \text{Re}(p) < 1$, $O(1); \text{Re}(p) > 1$) を判別できる。 $O(\log r)$ が出現する界面幾何条件は $\varphi_1 = 55.02^\circ$, $\varphi_1 = 124.98^\circ$ であり、特異性消失条件 $O(1)$ が $55.02^\circ < \varphi_1 \leq 77.79^\circ, 124.98^\circ < \varphi_1 < 180^\circ$ で確認できる。

3.4 界面端の応力強さ

各材料の弾性定数を一定の条件下で端面角度を変化させた際の応力強さ K_{hj} , K_{hpa} の界面端形状依存性結果(2006年度中間報告資料)に基づき、材料1側(剛性の高い材料側に相当)の自由表面における $\rho = 0.00001$ における特異応力場の強さ ($K_{hrr}\rho^{p-1} + K_{hparr}$) に及ぼす φ_1 の影響を求めた。

結果の一例(平面ひずみ $E_2/E_1=0.5, \nu_1=0.27, \nu_2=0.30, \varphi_1 + \varphi_2 = 180^\circ$ 一定条件下における特異応力場の強さに及ぼす φ_1 の影響)を図3に示す。

縦軸には熱膨張係数に依存しない強さ $K_{hj}(n_1\alpha_1/\alpha_2 - n_2)$, $K_{hpa}/(n_1\alpha_1/\alpha_2 - n_2)$ を基本にして表示する。ここで、 $n = (1 + \nu)$, α は熱膨張係数を示す。

図内における $\varphi_1 = 77.45^\circ$ では、応力特異場強さ(縦軸)が0となり応力集中が生じない界面幾何条件となる。この幾何条件を境にして正方向が引張の応力場を、負方向が圧縮応力場となる。

重根となる界面幾何条件 $\varphi_1 = 56.8^\circ, 77.45^\circ, 123.2^\circ$ で特異応力場の界面端面角度依存性を示す曲線が不連続となる。これは、応力強さと特解は重根 $p \rightarrow 1$ の条件で無限大となり、この条件を境にして各解の符号(引張と圧縮)が反転することによる解析精度の低下である。このパラメータに基づいて特異場の強さを簡易に評価でき、材料の最適な組み合わせや強度向上に有効な界面幾何条件の予測や接合体の残留応力低減技術の開発に結びつけることが可能となる。

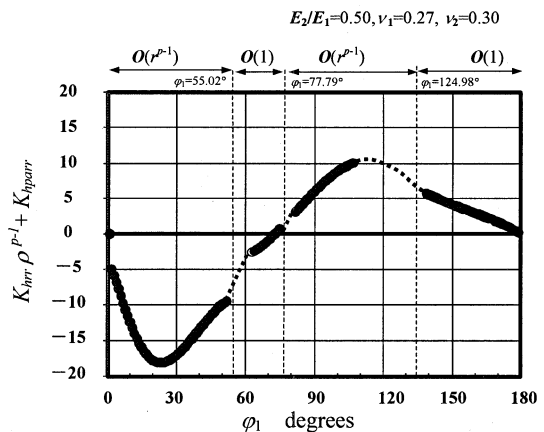


Fig.3 Effect of wedge angle on intensity of singularity field ($K_{hrr} \rho^{p-1} + K_{hparr}$), $\rho = 0.00001$

3.5 界面端形状と接合体強度との関係

導電性セラミック Si_3N_4 (日本タングステン製, ソデックニューマテリアル製)用いて放電加工することにより界面形状を自由に変更できること, 材料 Si_3N_4 は Ni を相手材として接合界面結合力を十分に確保できる条件を示すことができた. 本節では, 実験結果の一例として, 1173K で接合処理した円弧状界面を有する $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Ni}$ 接合体の引張強度に及ぼす界面端形状の影響を図 4 に示す. ここで, 試験片形状は $\varphi_1 + \varphi_2 = 180^\circ$ 一定条件下として, φ_1 を $30^\circ < \varphi_1 < 150^\circ$ に設定している. 図内には, セラミック側界面端から破壊した様式を示した接合体には●印で示し, それ以外の様式で破壊した試験片には別記号($\varphi_1 < 70^\circ$ ではセラミック側自由表面を基点とした破壊(図中△, $\varphi_1 > 130^\circ$ では界面から剥離を伴う破壊様式□)で示した.

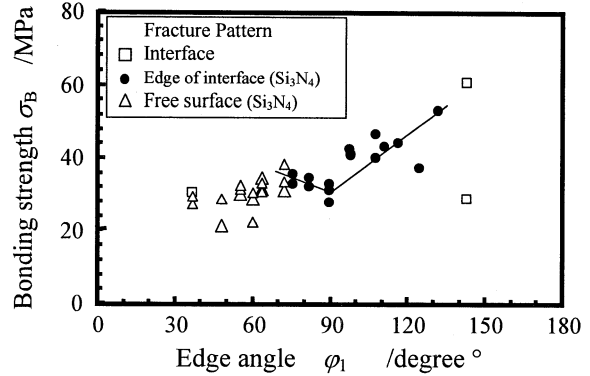


Fig.4 Effect of interface geometry φ_1 on bonding strength of Si_3N_4 to Ni joint bonded at 1173K

セラミック側界面端から破壊する条件 $75^\circ < \varphi_1 < 135^\circ$ では, $\varphi_1 = 90^\circ$ より φ_1 の減少および増大に伴い, 接合体強度が増大する. 最大接合体強度は $\varphi_1 < 90^\circ$ においては $\varphi_1 = 75^\circ$ で, $\varphi_1 > 90^\circ$ では $\varphi_1 = 142^\circ$ で確認できる.

この結果と λ の φ_1 依存性(図 2)とを対応させると, λ の減少に伴い接合体強度は上昇する傾向が確認できる. さらに, 特異場強さ($K_{\text{irr}} r^{p-1} + K_{\text{par}}$)の φ_1 依存性(図 3)とを対応させると, 特異場強さの減少に伴い, 接合体強度が増大する. $\varphi_1 < 90^\circ$ において, 最大接合体強度が出現する界面端角度は重根が発生する界面幾何条件 $\varphi_1 = 77.5^\circ$ 付近(応力集中が発生しない条件)に対応する.

3.6 最適界面形状の可能性の考察

図 5 に広範囲の材料組み合わせ $10^{-2} < E_2/E_1 < 10^0$, 界面幾何条件 $\varphi_1 + \varphi_2 = 180^\circ$ における, 特異性出現条件を示す. この図において式(5)を満足する根 p が得られる界面幾何条件を図内に実線で示した.

$\varphi_1 < 90^\circ$ における $\varphi_1 = 90^\circ$ の近い側の根 $p \rightarrow 0$ を示す実線上の界面幾何条件が, 最大強度を得ることのできる界面端形状に相当する.

本図に基づくと, 特異場パラメータに基づいて, 最大接合体強度を得る界面形状が推定可能となる.

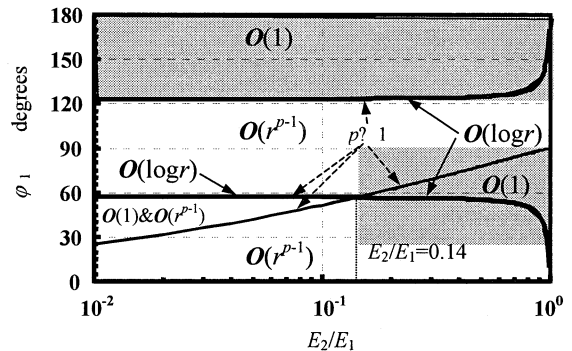


Fig.5 Appearance of stress singularity type

3.7 まとめと今後の課題

適切な界面形状に設定することにより強度が向上し, この界面形状を理論解析結果に基づき推定できる可能性を示した.

本研究で提案する最適界面設計手法は構造体に適用する上で展開可能な技術として期待できる. 今後は, 特異場パラメータを用いた解析結果や界面強度とを対応させた結果を蓄積し, 特異場のパラメータに基づく界面形状の選択方法を確立する. さらに, 微小な構造物の最適化・設計を実現するためには, 使用環境下での繰り返し荷重に対する疲労特性などを明らかにし, 微小界面構造の信頼性向上に取り組む方針である.

4 成果報告 2 単結晶シリコンの破壊靱性評価

4.1 はじめに

半導体プロセスが利用できる単結晶シリコンは、マイクロマシンを構成する材料として期待されている。脆性材料である単結晶シリコンを構造物に適用する場合、加工中および動作運転中に生じた微小なき裂やわずかな割れが、静的強度や機械の動作特性に影響を及ぼす可能性がある。また、単結晶シリコンは結晶異方性を有することや低指数格子面に沿って破壊しやすい面（へき開面）を有することから固有な欠陥以外にへき開面を起点とした破壊現象を充分理解しておく必要がある。

本研究では、微小硬さ試験機の圧子を押し込んだときに発生する微小なき裂の形態および破壊靱性の結晶方位依存性を明らかにする。

4.2 単結晶シリコンの破壊靱性評価

破壊靱性値は一方方向負荷に対するき裂材の破壊抵抗を破壊靱性値と定義され、工学的応用面から脆性破壊（不安定破壊）の発生に対して重要な因子となる。破壊靱性評価手法は JIS 規格により定められており、圧子圧入法(IF法：Indentation Fracture)法、CSF法などの方法が脆性材料の破壊靱性を評価する際に用いられる。本研究における破壊靱性評価においてはIF法を用いた。

IF法（圧子圧入法：Indentation Fracture method）による破壊靱性評価は、ダイヤモンド圧子（四角錐圧子）を所定荷重条件下で試験片表面に垂直に圧入し、試験片表面に導入された圧痕対角線長さ $2a$ と圧痕頂角から進展するき裂半径 c の計測結果および弾性係数 E 、圧子圧入荷重 P を式(6)または式(7)を用いて破壊靱性値 K_C を評価する。

$$c/a > 2.3$$

$$K_C = 0.036 \cdot E^{0.4} \cdot P^{0.6} \cdot a^{-0.7} \cdot (c/a)^{-1.5} \quad (6)$$

$$c/a < 2.3$$

$$K_C = 0.0114 \cdot E^{0.4} \cdot P^{0.6} \cdot a^{-0.7} \cdot (c/a - 1)^{-0.5} \quad (7)$$

供試材は、結晶面(100)、(110)および(111)の単結晶シリコンウエハ（株式会社フェローテック製、OD50mm、厚さ0.35mm）を用いる。単結晶シリコンウエハをダイシングマシン（株式会社ディスコ製）にて長手方向10mm×幅方向5mmの短冊状に切り出し、試験片とした。短冊状試験片の鏡面仕上げ面を上向きにした状態で試料台に瞬間接着剤で固定し、試験を行った。

圧痕の導入には超微小硬さ試験機（株式会社エリオニクス製）を用いる。圧子押し込み条件は、荷重時間1s、圧子押し込み荷重 P を $0.049 \leq P \leq 0.98\text{N}$ に設定する。圧痕の対角長さ、き裂長さの測定にはレーザー顕微鏡（オリンパス株式会社製OLS3000）を使用する。

圧子圧入方向は、図6に示す主要面に対する垂直方向の矢印向きとして、所定の荷重で圧子を導入した。圧子圧入時に生じる圧痕の頂角先端を基点とするき裂radial crackが進展する方向は図中十字線で示し、その進展方向を結晶方位表示する。

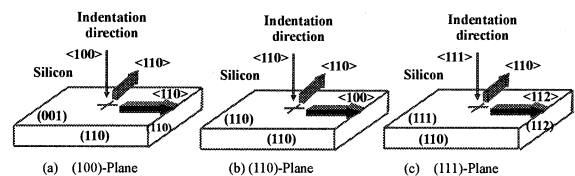


Fig.6 Indentation direction introduced by a Vickers indenter. Arrows in figure show radial crack and direction of loads applied for measuring fracture toughness.

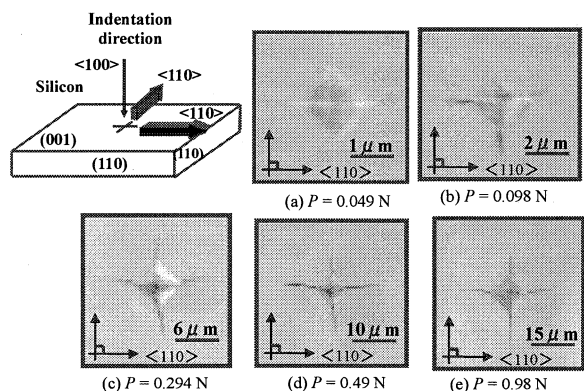


Fig.7 Indentation crack patterns on (100) of silicon introduced by a Vickers indenter. Arrows in figure show radial crack and direction of loads applied for measuring fracture toughness.

そのため、各試験片の主要面に導入した圧痕およびき裂半径の幾何学形状から算出される K_C は圧子によって引き裂かれる面となり本実験における破壊靱性評価の対象面は、{110}面、{100}面、および{112}面となる。破壊靱性評価の対象面に対応する主要面とき裂進展方向は、それぞれ次のように対応している。

- (a) {110}面に対応する主要面とき裂進展方向は三種類①(100)<110>, ②(110)<100>, ③(111)<112>
- (b) {100}面に対応する主要面とき裂進展方向は(110)<110>
- (c) {112}面に対応する主要面とき裂進展方向は(111)<110>である。

本研究で示した IF 法は圧痕の相互作用が無視できる間隔で導入された 40 個の圧痕から得られた値で示している。

4.3 実験結果

4.3.1 (100) 面におけるき裂長さの圧子圧入荷重依存性

圧痕頂角から進展するき裂長さに及ぼす圧子圧入荷重の影響を明らかにした。ここでは、計測結果の基になる画像の代表例として、結晶面(100)における荷重条件毎の圧痕形状の観察結果のみを図 7 に示す。実験回数の全ての試験片に導入された圧痕形状の観察結果から圧痕頂角から進展するき裂 radial crack に荷重の依存性が確認できた。

$P=0.049\text{ N}$ で圧子圧入したとき、頂角から進展する表面き裂長さがきわめて微小サイズであり、計測できなかった。

$0.294\text{ N}<P<0.98\text{ N}$ において、 P の増加に伴う圧痕頂角から進展するき裂 c および c/a が増加する傾向がある。また、圧痕対角の二方向に進展する圧痕頂角から進展するき裂 radial crack の長さや方向には対称性がある。同時に、 $0.294\text{ N}<P<0.98\text{ N}$ 条件において、 P の増加に伴い試料面表面に生ずる割れ(Lateral crack)発生割合も増大する。したがって、 P の増大に伴い発生する割れ(Lateral crack)を含んだ面から計測されるき裂 radial crack および圧痕対角線計測結果を条件に適合する式(6), (7)のいずれかに代入して K_C を求める。他の面に関する圧痕頂角から進展するき裂 radial crack の特徴は省略する。

4.3.2 (100) 破壊靱性値に及ぼす圧子圧入荷重の影響

主要面 (100) に圧子を導入し(110)面を引き裂く面における破壊靱性値 K_C を計測した。この結果と圧子圧入荷重 P との関係を図 8 に示す。図の直線部は、林ら⁽⁴⁾ が単結晶シリコンウエハ用インゴットを角柱に切り出した試験片から得た同一結晶方位条件における破壊靱性値($K_C=1.07\text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$; when $P=1\text{ N}$, 20 個の平均)を示す。

本実験で得た K_C は P 依存性を有するが、各荷重における K_C の平均値は角柱状の単結晶シリコンを対象材とした既報の K_C ⁽⁴⁾ とほぼ同程度である。

ただし、主要面(100)面にビッカース圧子を $P=0.098\text{ N}$ で導入して得た K_C は $0.294\text{ N}<P<0.98$ で計測された K_C より値が高く、ばらつきも大きい。この理由は、圧痕頂角からへき界面に進展するき裂 radial crack の成長が圧子圧入荷重 P に依存することに起因する。これにより、進展するき裂長さのばらつきも大きくなり、同じ条件において計測した K_C の測定値に差を生じたと考えられる。

計測面に単結晶シリコン測定試料表面に発生する Lateral crack の有無による K_C の計測結果には、統計的な有意差は生じなかった。このため、圧痕導入時に圧痕近傍に誘発される Lateral crack が発生しても、破壊靱性値の計測結果に大きな影響を与えないこと、さらにこれらの評価対象として用いることが可能であることが確認できた。

他の主要面についても同様な評価を行った。

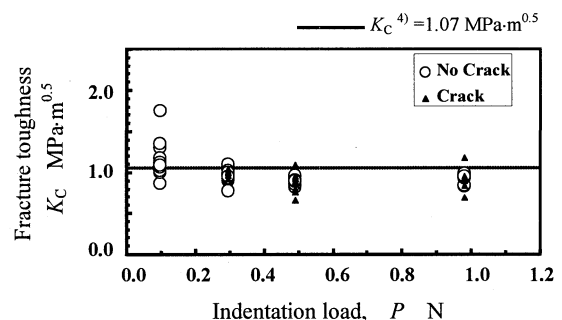


Fig.8 Effect of indentation load on Fracture toughness(100)-Plane

これらの結果は各結晶面に関する限りにおいて、 K_{IC} の平均値には大きな差は認められなかった。ただし、主要面(110)における K_{IC} 計測値は、弾性係数の異なる方向に進展するき裂には対称性が失われていることが確認できた。今後これらのき裂形態に関する継続調査を行う。

4. 3. 3 単結晶シリコンの K_{IC} と弾性係数との関係

イオン結合性の強い単結晶の低指数面の K_{IC} を測定した従来の研究結果⁽⁴⁾から、バルク材における単結晶シリコンの K_{IC} と破壊エネルギー γ との関係から、式(8)の関係が成立することが報告されている⁽⁴⁾。

$$K_{IC} = \frac{\sqrt{2}\lambda}{\pi\sqrt{a_0(1-\mu^2)}} E \quad (8)$$

ここで、 λ は原子間力の及ぶ範囲であり、 a_0 は格子間距離、 μ はポアソン比である。

この関係式を基にして、図9には荷重条件毎に計測された K_{IC} の平均値と各亀裂発生面を引き裂く方向の弾性係数 E との関係を示した。

この結果から、へき開面を切り裂く面(110)に対する K_{IC} と弾性係数との関係には正の相関が認められる。このことは主要面における破壊靱性値の僅かな差は結晶方位固有の計測結果である可能性が高い。

さらに、単結晶シリコンには、ポアソン比の結晶方位依存性や圧子圧入荷重条件の依存性を有することから、これらを考慮して、本実験における計測結果を整理した。その結果を図10に示す。

図10の縦軸には、Lateral crackが無い条件における計測結果の標本から低圧子圧入荷重条件下で計測された K_{IC} の平均値を、横軸にはポアソン比の結晶方位依存性を考慮した係数 $E/(1-\mu^2)^{0.5}$ を示した。この結果から、 K_{IC} と $E/(1-\mu^2)^{0.5}$ との関係には僅かではあるが正の相関が確認できた。このことは、単結晶シリコンにおけるへき開面を引き裂く際の破壊靱性値は、 λ と $a_0^{0.5}$ との比を一定と見なすことにより、各結晶方位における機械的性質(弾性係数とポアソン比)から K_{IC} を推定できることを示唆する。今後はさらに、他の破壊靱性評価法で計測した結果と相互比較し、本結果の有効性を明らかにする。

4. 4 まとめ

単結晶シリコンの三つの低指数面に対する破壊靱性値をIF法により評価した。この結果から、シリコンウエハを対象とした主要結晶面ごとのき裂形態および破壊靱性値を明らかにした。

単結晶シリコン材料をマイクロサイズ領域の構造体への適用する上で必要な基礎的資料を得ることができた。

参考文献

- (1) 井上忠信・久保司郎：材料：48，4，365-375(1999)
- (2) 井岡誠司・松田 崇・久保司郎：材料，51，12，1373-1379 (2000)
- (3) 日本工業規格；ファインセラミックスの破壊じん性試験方法，R1607 (1995)
- (4) 林・辻本；単結晶Siの破壊じん性 材料第40巻 第451号 (1991)

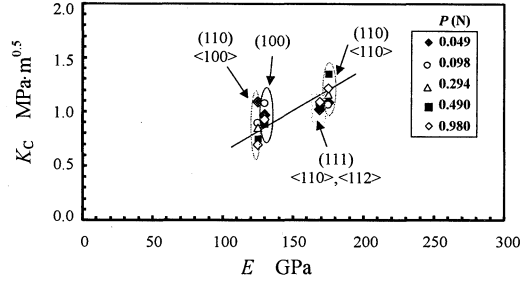


Fig.9 Relationship between Fracture toughness and Young's modulus

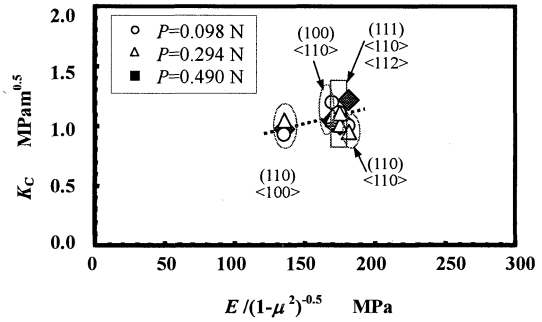


Fig. 10 Relationship between Fracture toughness and $E/(1-\mu^2)^{0.5}$

3. マイクロ環境下システム・要素の特性評価, 診断技術の開発研究

3-1: マイクロスケール下異種材料界面の力学的挙動の解析ならびに環境強度評価

マイクロスケール下の引張および疲労試験

後藤芳樹 立野昌義 小久保邦雄

Tensile and fatigue tests under micro-scale

Yoshiki GOTOH, Masayoshi TATENO and Kunio KOKUBO

1. はじめに

信頼性のある実用的なマイクロマシンを開発するためには、微小寸法材料の基本的な静的強度や疲労特性などの機械的性質を評価する必要がある。しかし、このような機器を構成する部材はマイクロやナノメートル領域の寸法となり、現時点では、このようなスケールの材料の機械的性質を評価する方法が確立されていないため、手探りの状態で設計ならびに製造が行われており、製作された機器の信頼性・耐久性は予測ができない状態である。

材料の機械的特性の中で、設計上まず必要になるのは、降伏点や引張強さなどの静的強度である。静的強度を求めるためには引張り、曲げ、ねじりなどの試験があるが、そのなかでも重要なのは引張試験である。引張試験は単純で均一な応力を負荷することができ、試験片の内部に応力勾配を生じる曲げやねじり試験とは異なり、延性材料を評価することができるという優れた特徴があるため、マイクロサイズであることによる試験片のチャッキングの難しさや、微小な伸びの測定の難しさがあるにもかかわらず、その試験法を確立する必要がある。

これまでに行われた微小寸法材料の試験は、小川ら^{1) 2)}が摩擦の影響を受けない構造を用いた横型引張試験機を用いて、50 μm の薄板の引張試験を行った。試験片は平行部を補強するための補強部を有するもので、チャッキング後に補強部を除去して試験するものである。また、箕島ら^{3) 4)}は引張りおよび曲げの静的試験と疲労試験の可能な縦型の試験機を用いて細線の引張試験と疲労試験を行なっている。試験はプラスチックタブに試験片を接着し、試験開始時にタブを切断して試験片に荷重を負荷する方式である。砂田ら⁵⁾も横型の引張試験機を用い、プラスチックタブに試験片を接着する方法を用いて行っている。このように、試験片をタブに接着して引っ張る試験方法は、細線の場合にはチャッキングの難しさを避けることができる点で有利であり、簡便であることから、将来有望な試験方法であると考えられる。

我々は、タブを用いる方法で引張試験と引張疲労試験を試みることにした。まず、試験機を設計・製作し、直径 25 μm の細線の試験を実施したのでその結果について報告する。

2. 研究経過

2003年度から2007年度までの5年間にわたるマイクロサイズ材料の引張試験と疲労試験の研究経過について述べる。

[2003年度] マイクロサイズ材料の試験方法についての調査を開始し、薄膜や細線の引張試験方法について検討した。学術文献や関連学会における研究発表をもとに、微小寸法材料の引張試験を行う場合は、試験材料をプラスチックタブに接着してタブをチャッキングして試験する方法が有効であることが分かったため、この方法を用いて引張試験を行なうこととした。

〔2004年度〕引張試験機の設計を開始した。ねじのおくり機構を使い、乾電池で小型モーターを駆動するタイプとし、ロードセルを試験片の下部に置いた縦型2本柱の引張試験機を開発した。試験方法は、プラスチック製タブを用いることとし、種類や厚さの異なる5種類のプラスチックシートの引張り強度や加工のしやすさ、熱による切断の可能性などを試した結果、厚さ0.2mmのポリプロピレンシートを採用することにした。試験片にはアルミ箔を用いて引張試験を実施した。

〔2005年度〕アクチュエータにコンピュータ制御によるサブミクロンフィードバック移動装置を用いることにより、引張速度 $0.1\mu\text{m/s}$ からの精密な試験が可能となった。これに伴い試験機本体を4本柱とし、ロードセルは小荷重の測定のできる容量500mNのものを採用した。また、試験片の伸びの測定はCCDカメラを用いた画像センサにより非接触で測定した。試験は、ポリプロピレンタブに直径 $25\mu\text{m}$ のワイヤーボンディング用金線を接着したものに一定速度で引張り荷重を加えて実施し、荷重—伸び線図を作成した。

〔2006年度〕試験片の伸びの計測精度を向上させるために200万画素のCCDカメラを用いた画像センサを採用し、伸びの測定精度を2倍に高めるとともに、試験機を卓上防振台の上に設置して防振対策を施した。同時に、マイクロサイズ材料用疲労試験機を開発を開始した。疲労試験機は、小型の電磁式加振機を用いて一定変位のストローク（正弦波）を加えるタイプの縦型の疲労試験機とした。ロードセルは容量500mN、加振機は容量9.8Nのものを使用した。試験片は、引張試験片と同じでポリプロピレンタブに $25\mu\text{m}$ ワイヤーボンディング用金線を接着したものを使用した。製作した試験機およびタブがマイクロ材料の疲労試験に適しているかどうかについて評価を行なった。

〔2007年度〕引張試験については、荷重と伸びの同時自動計測を行なった。荷重と伸びの信号をそれぞれAD変換し、同期させてPCに取り込み、荷重—伸び線図を作成した。また、振動の影響を少なくするために、大型防振台を導入して、台上で実験を行い、これまでより振動による伸びの変動の少ないデータを得ることができた。疲労試験は、供試材料として $25\mu\text{m}$ のワイヤーボンディング用アルミ線を用いて行い、プラスチックタブを取り付けるホルダーの改良、タブの作成方法の改良、試験中の繰返し荷重低下の影響、試験温度の影響などの検討を行ない、S-N線図の作成を試みた。

3. マイクロサイズ材料のための引張試験システムと引張試験

3.1 引張試験機

Fig.1に示すようにマイクロサイズ材料のための引張試験機と試験システムを開発した。試験機は、駆動部分にサブミクロンフィードバック移動装置（シグマテック（株））を用い、専用コントローラをパソコンで制御することにより速度 $0.1\mu\text{m}\sim 10\text{mm/sec}$ の範囲で一定速度試験が可能であり、ストロークは20mmである。ロードセルは容量500mN（（株）共和電業）とし、試験片の下方に取り付けた。試験片の中心軸の方向に正確に荷重が加わるよう、試験片を取付けた後、ロードセルを取付けた台の微調整を可能にするため、XY方向に移動可能なテーブルと、初期荷重が加わらぬようにZ方向に移動可能なテーブルを組み合わせて用いた。

3.2 伸びの計測

伸びの計測にはデジタル画像センサ（（株）KEYENCE, CV-3500）を用いた。この画像センサは192万画素のCCDカメラにより、試験片上の2点に予め標点をマーキングしておき、パターンサーチ計測モードにより、このマークの画像を認識させ、指定した範囲内でサーチし、2点間の距離を計測するもので、この方法により試験片を取り付けたタブの伸びの如何に拘わらず、試験片の標点間の伸びだけを非接触で測定することができるのが特徴である。伸びの測定精度は、CCDカメラにエクステンションチューブを取り付けて画像を拡大し、1画素の大きさは $2.0\mu\text{m}$ である。画面上のデジタル表示は1/1000画素までの表示が可能である。

3.3 引張試験システム概要

本装置のシステムの概要を Fig.1 に示す。パソコンで制御されたサブミクロンフィードバック移動装置により、試験片は引張速度一定で引張変位が加えられる。試験片に加わる荷重は、試験片の下部に置

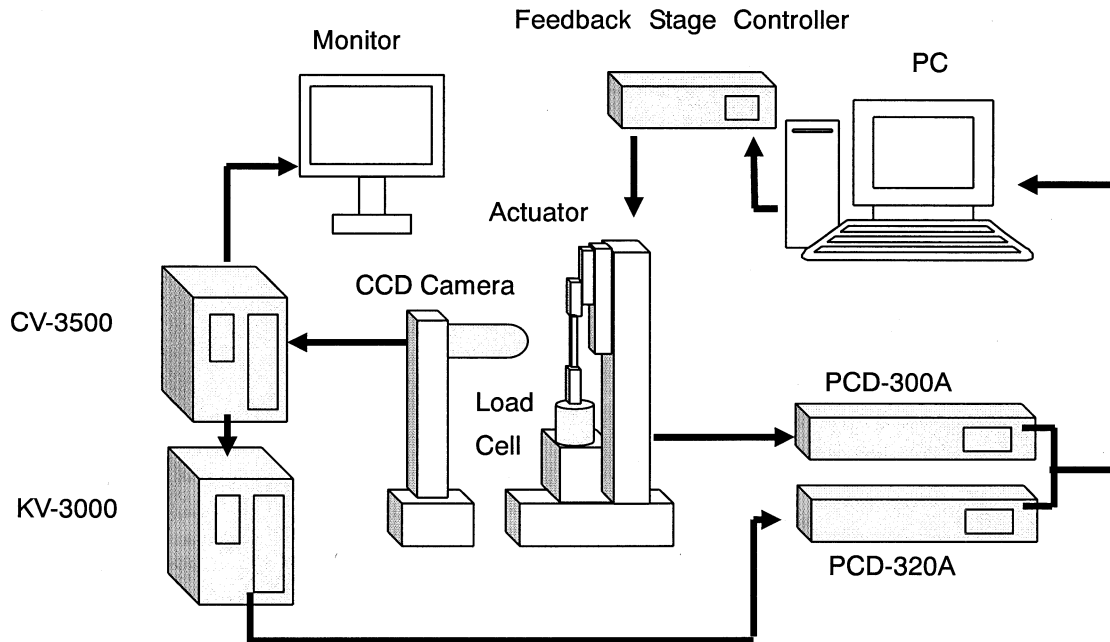


Fig.1 Schematic diagram of tensile test system

かれたロードセルで検出し、その信号はセンサーインターフェイス PCD300A ((株) 共和電業) を介してパソコンに取り込まれる。また、CCD カメラで測定した試験片の変位信号は、一旦アナログデータに変換した後、センサーインターフェイス PCD320A ((株) 共和電業) を介してパソコンに取り込まれる。つまり、これらのシステムにより、試験開始から試験片が破断するまで、ロードセルの荷重データと CCD カメラによる伸びデータは同期させて同時にパソコンに取り込まれ、そのデータから荷重-伸び線図を描くことができる。また、試験中の試験片の変形の様子はモニターで確認できる。

3.4 引張試験方法

3.4.1 供試材料および試験片 供試材料は Kulicke & Soffa, Ltd. 製、直径 $25\mu\text{m}$ のワイヤーボンディング用金線(種類: AW14, Au: 99.99%) を用いた。この金線のカタログデータは引張強度 210MPa である。この材料を適当な長さに切断して試験片とし、タブに取り付けた。タブは、厚さ 0.2mm のポリプロピレンシートから Fig.2 に示すような形状に切り出す。次に、タブの中心部分に金線試験片を瞬間接着剤で接着するのであるが、その取り付け方は、まず、金線を二つの三角穴に通し、金線の片側を接着剤で接着して固定する。そして、金線のもう一方に 0.1gf の錘を吊るして金線のねじれやたわみを除去した後接着する。最後に、金線の余分な部分を除去する。

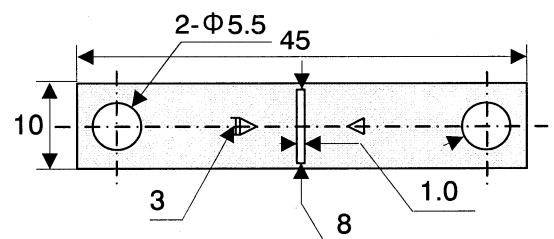


Fig.2 Dimension of Polypropylene tab

3.4.2 試験方法 引張試験は、タブの両端のピン穴にピンを挿入し、Fig.3 に示すような試験機の上下のホルダー部に装着して固定した上でタブの左右の枠の部分を熱したカッターで焼き切り、試験片

にのみ荷重が加わる状態にして試験を実施する。試験中の防振・防風の対策として、試験機は防振台(シグマ光機(株))の上に設置し、周囲をアクリル板で囲んでいる。試験片の標点間距離は1mmとし、試験速度は0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 $\mu\text{m/s}$ の5種類で試験を行い、引張速度の違いが、金線の引張特性にどのような影響を及ぼすのかを調べた。

3.5 引張試験結果及び考察

引張試験の結果、得られた金線の応力-ひずみ曲線を Fig.5 に示す。試験片のひずみは引張り速度に依存し、引張り速度が小さいほど、ひずみは大きくなる傾向を示した。得られた線図から、引張強さのばらつきが少ないが、ひずみについては、ところどころ計測値がばらついている部分が見られる。つまり、画像センサにより CCD カメラを用いて計測する場合、測定精度を上げるために画像を拡大して倍率を上げて計測するため、周囲の振動や風による振動の影響が現れているものと考えられる。この振動の影響を少なくするためには、さらに、防振や防風の対策が必要と考えられる。また、今後、さらに伸びの測定精度を向上させるためには、CCD の解像度を上げる必要があるが、そのためには一層、周囲の振動の影響を減らすことが必要と考えられる。

また、引張り強さについては、205~209MPa の範囲のものが最も多いという結果となった。光学顕微鏡により破断した試験片を観察したところ、試験片はほぼ中央部分から破断している。試験を始めた初期の頃は、接着部から破断することが多く見られたが、ホルダー部の改良や、金線の取り付け方を工夫することにより、現在では約 50% の試験片が中央部付近で破断するようになった。また、破断面の観察では、試験片がくびれている様子が確認でき、十分に塑性変形した後に破断していた。

3.6 引張試験の結論

- 1) 直径 25 μm のワイヤーボンディング用金線の荷重と標点間の伸びを自動で計測し、荷重-伸び曲線を描くことができた。
- 2) 得られた応力-ひずみ線図から、応力については計測値のばらつきは少ないが、ひずみについては、計測値にばらつきが多かった。

4. マイクロサイズ材料のための疲労試験システムと疲労試験

4.1 疲労試験機

小型の電磁式加振機を用いて一定変位のストローク(正弦波)を加える縦型片振り疲労試験機を製作した。ロードセルは容量 500mN の共和電業製 LTS-50GA, 加振機は旭製作所製 WaveMaker01 (最大加振力 9.8N) を用いた。

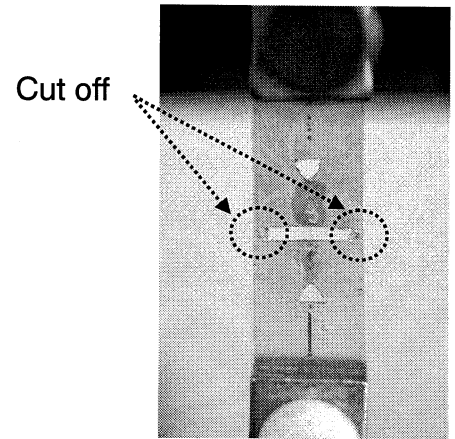


Fig.3 Cut off the side of tab

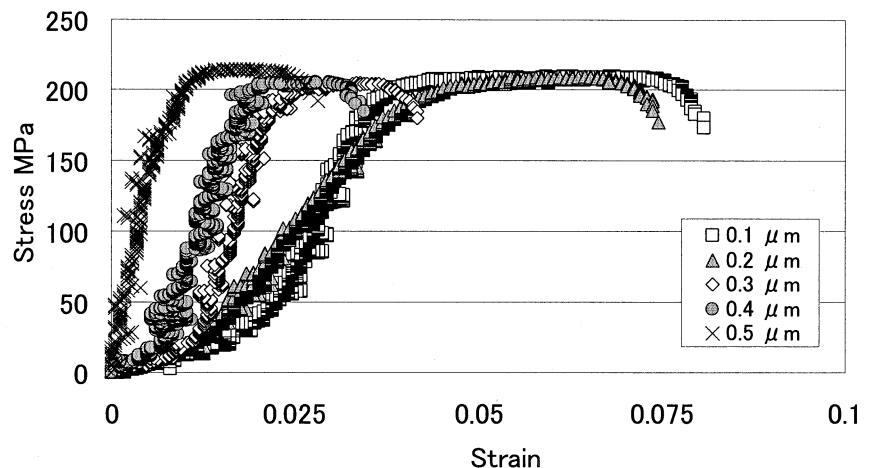


Fig.4 Stress-Strain diagram of gold wire

4.2 疲労試験システム概要

Fig.5にシステムの概要を示す。電磁式加振機により加えられる変位の計測にはレーザ変位センサー (KEYENCE 製) を用いた。試験片フレーム取り付け時、試験途中で圧縮荷重が加わった時の調整を行うため、振動コンソール下に X-Y,Z ステージを取り付けた。さらに、ロードセルからひずみを読み取るために、動ひずみ測定器を介しオシロスコープで荷重を読み取った。

4.3 疲労試験方法

4.3.1 供試材料および試験片

供試材料は Kulicke & Soffa, Ltd. 製、直径 $25\mu\text{m}$ の Al ボンディングワイヤーを使用した。この材料を適当な長さに切断し、引張試験と同様にタブに接着し、試験に供した。

4.3.2 試験方法 疲労試験方法は、繰返し変位を一定とし、

片振り引張疲労試験を行なった。繰返し速度は $7\sim 10\text{Hz}$ とした。疲労試験では、まず製作した疲労試験機がマイクロ材料の試験に適しているかどうかを評価することから始めた。つまり、1) 加振機の出力と試験片に加える荷重振幅との関係が適切であるか、2) 疲労試験中の試験片の伸びによる荷重レベルの低下、3) 精度のよい変位の計測が可能か、つまり加振機の振動の影響はないか、4) 試験片取り付け用プラスチックタブは繰返し荷重により変形や破損をしないか、5) 繰返し荷重の波形はきれいな正弦波を描くことができるか、つまり偏心荷重や振動の影響を受けないか、を検討した。

4.4 疲労試験結果及び考察

一定変位の疲労試験を行なったところ、試験中に試験片が伸び、繰返し数とともに最大荷重が低下することが分かった。そこで、試験中に最大荷重を一定に保つように、一定レベルまで荷重が下がった場合に引張り荷重を加えて荷重調整を行った。その結果、荷重調整を行なわない場合に比べて破断繰返し数が短くなった。これにより、一定変位の疲労試験では、荷重調整の基準を明確に定めて試験をする必要があることが分かった。実験室の気温の変動による試験荷重への影響については、試験の結果、気温 $\pm 1^\circ\text{C}$ の変化で最大応力が $\pm 4\sim 4.5\%$ 変化することが明らかになった。これは、気温が変化することで試験片タブのポリプロピレンが軟化や硬化をすることにより、測定荷重に影響していると考えられる。試験片タブの製作方法については改良を重ね、個体差を減少させることはできたが、Al 線のタブへの接着状態に個体差を生じ、このことが疲労寿命のバラツキの原因の一つと考えられる。各試験の試験環境を検討し、疲労試験として妥当だと思われるもののみを選択して S-N 曲線をひくと Fig.6 のような曲線になった。

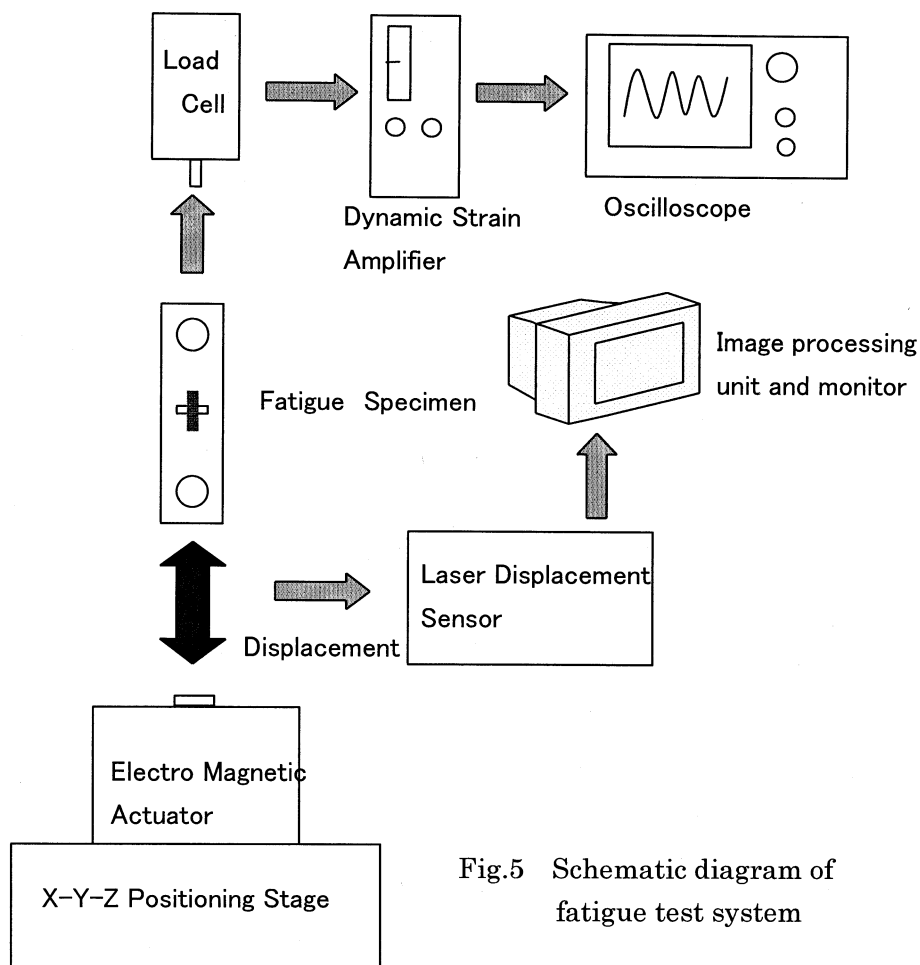


Fig.5 Schematic diagram of fatigue test system

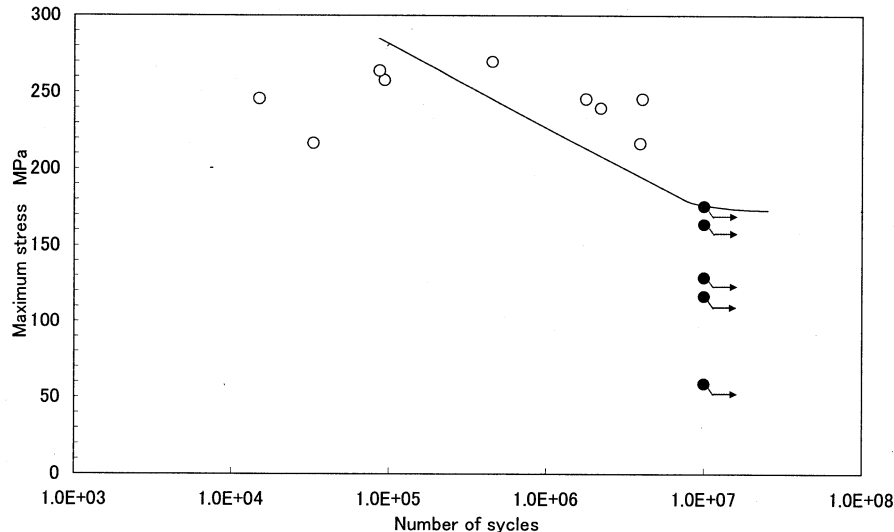


Fig.6 S-N curves of Al bonding wire

4.5 疲労試験の結論

- 1) 一定変位の疲労試験では、荷重調整の基準を明確に定めて試験をする必要がある。
- 2) ポリプロピレン製プラスチックタブを用いる疲労試験では、気温が測定荷重に影響する。
- 3) 試料の接着状態が疲労寿命のバラツキの原因となる。

今後の展望

引張試験においては、伸び測定の精度の向上と、振動ノイズの低減化のためのさらに一層の防振対策が必要であろう。また、疲労試験においては、疲労寿命に及ぼす各種因子の影響、とくに、試験片の接着の耐久性、タブの温度の影響など、タブ材料の開発も含めた検討が必要と考えられる。

参考文献

- 1) 小川, 石川, 北原: 機械技術研究所所報, Vol.49, No.2, pp.57-62(1995)
- 2) H.Ogawa, K.Suzuki, S.Kaneko, Y.Nakano, Y.Ishikawa and T.Kitahara: Pro IEEE Micro Electro Mechanical Systems'97, pp430-435(1997)
- 3) 箕島, 田中, 石田: 日本材料学会 第 269 回疲労部門委員会 第 27 回マイクロマテリアル部門委員会研究討論資料, p. 44-45 (2004-5)
- 4) K.Minosima, Y.Maekawa, K.Komai: 日本材料学会 第 269 回疲労部門委員会 第 27 回マイクロマテリアル部門委員会研究討論資料, p. 35-43 (2004-5)
- 5) 砂田, 松村, 浅田, 木之本, 越智, 政木: 日本機械学会 2005 年度年次大会講演論文集 (1), p. 315-316(2005-9)

発表論文等

- 1) 後藤芳樹, 新井裕介, 宮坂勝利, 立野昌義, 小林光男, 小久保邦雄: マイクロサイズ材料の引張試験と強度評価, 材料試験技術, Vol. 53, No.1, pp. 38-42 (2008)
- 2) 後藤芳樹, 新井裕介, 宮坂勝利, 立野昌義, 小林光男, 小久保邦雄: マイクロサイズ材料の引張試験と強度評価, 第 234 回材料試験技術シンポジウム, (2008-1)

3. マイクロ環境下システム・要素の特性評価、診断技術の開発研究

3. 2 液相マイクロリアクターの流動特性と反応成績

環境化学工学科 長本 英俊

東京大学大学院新領域創成科学研究科 大友 順一郎

東京工業大学名誉教授 大島 榮次

Fluidic Characteristics in a Microreactor and Its Performance for Liquid Reaction

Hidetoshi Nagamoto

Department of Environmental Chemical Engineering

Junichiro Otomo

Graduate School of Frontier Sciences, The University of Tokyo

Eiji Oshima

Professor Emeritus of Tokyo Institute of Technology

1. 緒言

マイクロリアクターは、装置全体が小さいために反応チャンネルの単位体積当りの表面積が大きい、また流れは層流となり、流体内の混合は主に分子拡散によって進行する。拡散律速となった反応系では、マイクロチャンネルを利用して拡散距離を小さくすることにより混合を促進して、通常の攪拌槽型反応器では実現できないような効率的な反応が可能となると考えられている。

この研究では、矩形流路（ $200\mu\text{m}\times 200\mu\text{m}$ 、 $200\mu\text{m}\times 500\mu\text{m}$ ）を持つマイクロリアクターを用い、流路の圧力損失、速度分布を測定して、レイノルズ数 5~100 の範囲で矩形流路に対する理論から導かれる圧力損失および摩擦係数が実験値とよく一致することを示した。流速分布に関しても、レイノルズ数が 0.0238 と 0.0369 のとき理論的速度分布とよく一致することが分かった。

これらのことから、マイクロリアクターの反応成績をシミュレーションによって検討することが可能となった。ここでは、二液接触型の流通反応器とした場合に関して反応成績を検討したので、報告する。

2. 二分子反応

液相で反応物 A, B を矩形流路の二つの異なる流路からマイクロリアクターに供給し、



が進行する場合を取り上げた。

幅 $2a$ 、深さ $2b$ の矩形マイクロチャンネル内の流速分布は、層流において次式で表される (Müller, 1932)。

$$v(x, y) = \frac{\Delta p}{\mu L} \left[\frac{1}{2} (b^2 - y^2) + \frac{16b^2}{\pi^3} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n}{(2n-1)^3} \cos \frac{(2n-1)\pi y}{2b} \frac{\cosh \frac{(2n-1)\pi x}{2b}}{\cosh \frac{(2n-1)\pi a}{2b}} \right] \quad (2)$$

ここで、 x, y は $-a \leq x \leq a$ および $-b \leq y \leq b$ 。また式中の Δp は流路長 L のマイクロチャンネルの圧力損失であり、定数 K とともに次式で表される。

$$\Delta p = \frac{16\mu L \bar{u}}{b^2 K}, \quad K = \frac{16}{3} - \frac{1024}{\pi^5} \frac{b}{a} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{(2n-1)^5} \tanh \frac{(2n-1)\pi a}{2b} \quad (3)$$

ここで、 ρ は流体密度、 \bar{u} は平均流速、 μ は流体の粘度を表す。

反応速度式(1)中の反応速度定数大きさにより、二つの場合に分けられる。すなわち、(a)瞬間反応：速度定数が十分大きく、A, Bの二分子が衝突すると直ちに反応する場合。(b)迅速反応：反応速度がある程度大きく、反応物の拡散速度と同程度である場合。

(a) 瞬間反応

採り上げる反応として、酸と塩基の中和反応を選択した。実験では、塩基性水溶液中にフェノールフタレインを添加して、着色液の界面の移動を観察した。A液に0.003M NaOH水溶液、B液に0.003M HCl水溶液を用い、同じ流量で流した。

マイクロチャンネル内の基礎方程式と境界条件は、次式で表される。

$$\begin{aligned} & 1) C_a = C_0, C_b = 0 \text{ for } z = 0, -a \leq x \leq 0, -b \leq y \leq b \\ & \quad C_a = 0, C_b = C_0 \text{ for } z = 0, 0 \leq x \leq a, -b \leq y \leq b \\ & 2) \frac{\partial C}{\partial x} = 0 \text{ for } 0 < z \leq L_0, x = \pm a, -b \leq y \leq b \\ & \quad \frac{\partial C}{\partial y} = 0 \text{ for } 0 < z \leq L_0, -a \leq x \leq a, y = \pm b \\ & 3) C_a = C_b = 0, \quad D_a \left(\frac{\partial C_a}{\partial x} + \frac{\partial C_a}{\partial y} \right) = -D_b \left(\frac{\partial C_b}{\partial x} + \frac{\partial C_b}{\partial y} \right) \\ & \quad \text{for } 0 < z \leq L_0, x = x_0(y, z), -b \leq y \leq b \end{aligned} \quad (4)$$

境界条件中の $x_0(y, z)$ は界面の x 方向の位置であり、 y および z の関数で表される。

HClの拡散係数 $= 3.34 \times 10^{-9} [\text{m}^2/\text{s}]$, NaOHの拡散係数 $= 1.88 \times 10^{-9} [\text{m}^2/\text{s}]$ を用いた計算結果は、界面の位置が深さに余り依存せず、シャープな界面となること、界面の移動量が実験結果とよく一致した。また、流路が正方形断面の場合、二液の界面は z 方向に進むにつれて二次関数で表されることが示された。このことは、拡散が総括の反応速度を支配していることを明示している。しかし、アスペクト比が大きくなるとともに、二次関数で表される範囲が狭くなった。

(b) 迅速反応

マイクロリアクターの反応挙動をシミュレーションする場合に、流路内の速度分布として、plug flow (栓流、押し出し流れ) がしばしば用いられる。しかしながら、この仮定が十分な近似をもたらすのか否かについて、検討がなされていない。そこで、矩形流路内の流速分布を表す式(2)を用いた場合とplug flowを用いた場合について計算結果を比較した。

反応式は式(1)と同じであるが、基礎式は瞬間反応(式(4))とは異なり、A成分を

例に取ると、次式で表される。ここで、軸方向の拡散は無視した。

$$U(x, y) \frac{\partial C_a}{\partial z} - D_a \left(\frac{\partial^2 C_a}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 C_a}{\partial y^2} \right) + k_2 C_a C_b = 0 \quad (5)$$

境界条件は、(A)合流点($z = 0$)で、 $C_a = C_0, C_b = 0, C_c = 0, z = 0, -a \leq x \leq 0, -b \leq y \leq b$ (6)

$$C_a = 0, C_b = C_0, C_c = 0, z = 0, 0 \leq x \leq a, -b \leq y \leq b$$

(B)合流点以降の流路壁で

$$\frac{\partial C_i}{\partial x} = 0, x = \pm W, 0 < z \leq Z, -Y \leq y \leq Y, \quad \frac{\partial C_i}{\partial y} = 0, y = \pm Y, 0 < z \leq Z, -W \leq x \leq W \quad (7)$$

マイクロチャンネルの深さは $200\mu\text{m}$ で一定とし、幅を $200, 400, 500\mu\text{m}$ とした。計算に用いたパラメータとして、拡散係数 $D_A = D_B = 1 \times 10^{-9} [\text{m}^2/\text{s}]$ 、初濃度 $C_{A0} = C_{B0} = 1 [\text{M}]$ 、速度定数 $k = 0.001 [\text{mol} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{s}^{-1}]$ とした。

Fig. 1 に示されるように、アスペクト比 (a/b) が 1 の場合には層流速度分布の場合と plug flow の差はほとんどないが、アスペクト比が大きくなるほど、差が大きくなった。反応率は、plug flow の方が小さくなった。

幅 $500\mu\text{m}$ での平均滞留時間が $24[\text{s}]$ のときの y 方向の濃度分布から検討した (Fig. 2)。

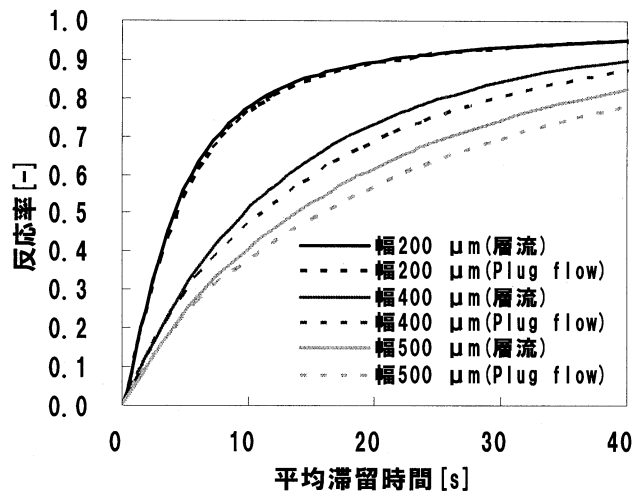


Fig. 1 反応率の滞留時間依存性

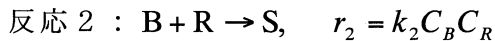
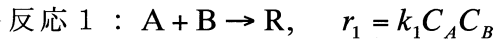
図から分かるように、流路壁での未反応成分の濃度が plug flow では高くなっている。層流では粘性によって壁面近傍の流速が小さくなって、同じ断面でも滞留時間が中心部と比べ長くなって、反応率は高くなるのに対して、plug flow では層流よりも滞留時間が短く、反応率が低くなるためである。

また、アスペクト比が大きいほど plug flow の反応率が低くなる理由は、流れに対する壁面の影響がアス

ペクト比が大きいほど大きくなる、即ち流速の遅い領域が増えるためと考えられる。

3. 逐次二分子反応

液相反応物 A, B のマイクロリアクターへの供給方法は同じであるが、次の二つの反応により、逐次反応が起こる場合についてシミュレーションを行った。



基礎式は次式で表される。(境界条件は割愛した)

基礎式

$$\begin{aligned} D_A \left(\frac{\partial^2 C_A}{\partial x^2} \right) + D_A \left(\frac{\partial^2 C_A}{\partial y^2} \right) - U(x, y) \frac{\partial C_A}{\partial z} &= k_1 C_A C_B \\ D_B \left(\frac{\partial^2 C_B}{\partial x^2} \right) + D_B \left(\frac{\partial^2 C_B}{\partial y^2} \right) - U(x, y) \frac{\partial C_B}{\partial z} &= k_1 C_A C_B + k_2 C_B C_R \\ D_R \left(\frac{\partial^2 C_R}{\partial x^2} \right) + D_R \left(\frac{\partial^2 C_R}{\partial y^2} \right) - U(x, y) \frac{\partial C_R}{\partial z} &= -k_1 C_A C_B + k_2 C_B C_R \\ D_S \left(\frac{\partial^2 C_S}{\partial x^2} \right) + D_S \left(\frac{\partial^2 C_S}{\partial y^2} \right) - U(x, y) \frac{\partial C_S}{\partial z} &= -k_2 C_B C_R \end{aligned} \quad (8)$$

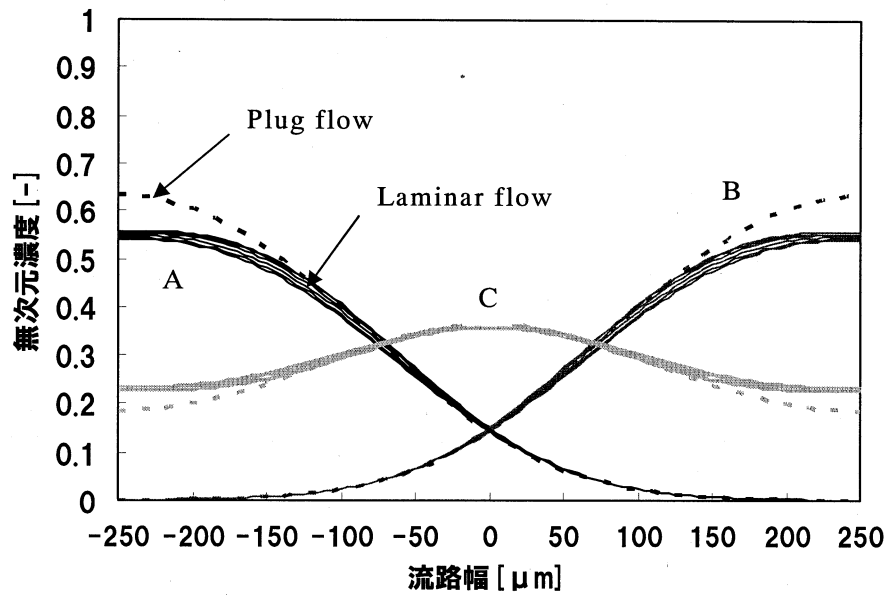


Fig. 2 平均滞留時間 24s での濃度分布

目的生成物を中間生成物である R とした場合の収率を目的関数として、反応器性能を比較した。最も高い収率を与える反応操作は A と B を完全混合して押し出し流れ型反応器 Plug flow reactor (PFR) に供給する操作法である。ここでは、一定の深さ (200 μm) の矩形流路の幅を 50, 100, 200, 400 μm と変えた場合の R の収率の最大値 $Y_{R,\text{max}}$ の変化を求めた。ここで、拡散係数 $D_A = D_B = D_R = D_S = 1 \times 10^{-9} [\text{m}^2/\text{s}]$ 、初濃度 $C_{A0} = C_{B0} = 1 [\text{M}]$ とし、反応速度定数 k_1 を $0.001 [\text{mol} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{s}^{-1}]$ として k_2 を変化させた。

Fig. 3 の計算結果から、流路の深さの半分程度で PFR と同程度の収率を与えることが分かった。特に、この系では幅 50 μm でほとんど一致した。完全混合流れは分子スケールで均一に混合した流れのことで、反応工学における仮想的な理想の流れでしかないが、その場合とほぼ一致した中間生成物 R の収率を与えることは、マイクロリアクターが理想的な反応器の一つであるといえよう。

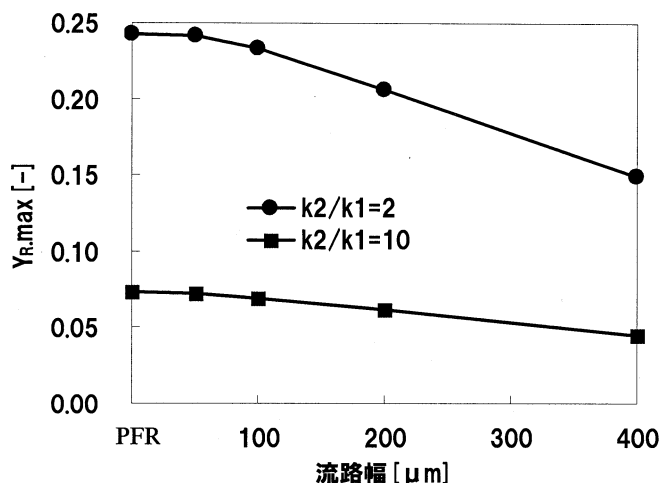


Fig. 3 最大収率の流路幅依存性

4. 酵素反応

マイクロリアクターを用いて酵素反応を行うと、しばしば反応速度が増大したとの報告がなされる。しかしながら、この現象に関して解析を行った研究は見当たらない。ここでは、これまでに議論してきたマイクロリアクターの高い混合特性の立場から、これを検討した。酵素反応装置については、他の場所で述べるので、ここでは詳述しない。

用いる酵素は Catalase で過酸化水素を水と酸素に分解する。反応器は数百マイクロンの内径を持つ円管を T 字形に接続したもので、等しい流量の酵素溶液と基質溶液を T 字の左右から供給し、中央で 2 液が衝突し、界面を通じて反応しながら下に向けて流れる形式である。反応器出口で pH を低くした酢酸溶液で反応を停止させる。反応温度は 20 $^{\circ}\text{C}$ 、酵素溶液、基質溶液ともリン酸塩緩衝液を用いて pH を 7 とした。過酸化水素の濃度測定には UV-Vis 分光光度計 (島津 UV-1200) を用いた。検討の結果測定波長を 255 [nm] とした。通常酵素反応の反応動力学定数は、Michaelis 定数 K_m と V_{max} によって与えられるが、回分式反応器での初速度を用いた結果 K_m は $0.2616 [\text{M}]$ となった。しかしながら、経時変化を用いた積分反応器の結果は、一次反応を示し、その速度定数 $k = 0.000536 [\text{s}^{-1}]$ であることが分かった (Fig. 4)。そこで、この速度式と速度定数を反応速度解析に用いることとした。

マイクロリアクターの反応器部分に、内径 300 μm および 600 μm の円管 (長さ 2m) を用い、片方から 0.06645 M の過酸化水素水を、他方から酵素溶液を、等しい流量

0.014, 0.07 mL/min で供給した場合の結果を Fig. 4 に示す。回分式反応器の場合の酵素濃度および過酸化水素初濃度もマイクロリアクターのものと等しい。

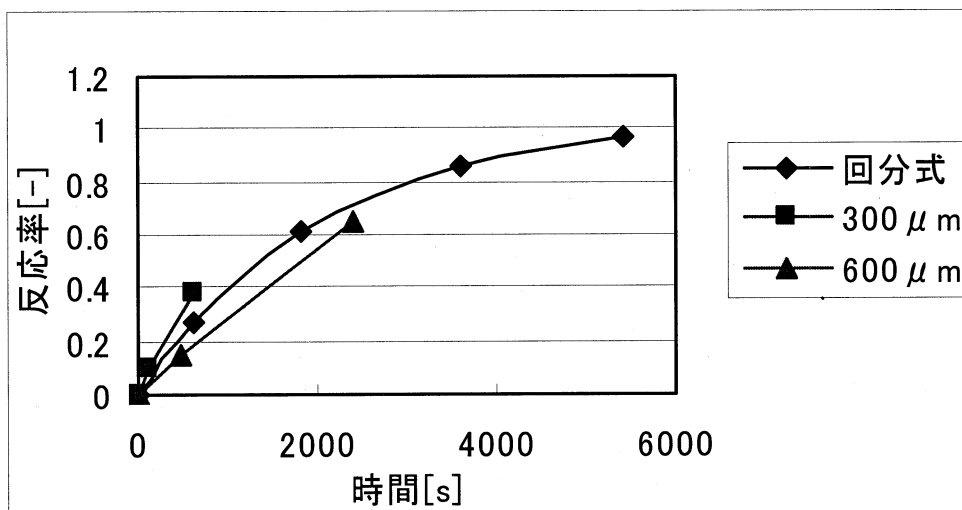


Fig. 4 各反応器での収率の反応時間依存性

Fig. 4 で内径 300 μm のマイクロリアクターでの反応率は内径 600 μm のその約 2 倍となっている。ここでは詳しい検討を行わないが、3. と同じ矩形流路を用いて考察する。酵素の分子量は数十万であるから、水溶液中の酵素の拡散係数は、過酸化水素の拡散係数に比して十分小さいので、拡散しないものと仮定できよう。すると、拡散して酵素溶液の流体に入ってきた過酸化水素が反応すると考えられる。

同じ滞留時間で反応率が低い場合、過酸化水素の浸入厚みは流路の大きさにあまり依存しない。そうするならば、反応物の供給速度は断面積に比例し、反応速度は流路の 1 辺に比例することとなる。その結果、反応率は流路のサイズに反比例することになる。

Fig. 4 の結果はそれを示しているものと考えられる。一方、回分式反応器での反応率の比較では、300 μm のマイクロリアクターの方が高反応率を与えている。これについては、3. と同じく、定量的なシミュレーションを行って検討する必要がある。

5. 結 言

深さ 200 μm の矩形流路を持つマイクロリアクターを用い二液接触型の二分子反応を行わせた。瞬間反応では下流に向けての二液界面の移動が拡散支配で起こり、アスペクト比が 1 に近いとき放物線で表された。迅速反応の場合、流路内の流速分布を層流の流速分布で表した場合と plug flow で近似した場合を比較した結果、アスペクト比が大きくなるにつれて plug flow 近似が低い反応率を与えることが分かり、この場合での plug flow 近似に妥当性が低いことが分かった。

逐次反応に適用した場合、幅が狭い方が中間生成物 R を高効率で得られることが分かり、幅が 50 μm 以内になれば R の最大収率は収束し、完全混合させた原料の二液を PFR に供給した場合の値にほぼ等しくなることが分かった。

Catalase による過酸化水素の分解実験の結果、内径 300 μm のマイクロリアクターは内径 600 μm のリアクターのほぼ 2 倍の反応率を与えることが分かった。また内径 300 μm のマイク

ロリアクターは、完全混合の回分式反応器よりも高い反応率を与えた。

[引用文献]

- 1 . Müller, Wilhelm: “Einführung in die Theorie der zähen Flüssigkeiten,” Akad. Verlagsges., Leipzig (1932).
- 2 . Baroud, C. N. et al.: “Reaction-diffusion dynamics: Confrontation between theory and experiment in a microfluidic reactor,” *Phys. Rev. E* 67 (2003).

スマート機械システムのモデル化と振動解析手法への適用

大石 久己（機械システム工学科）

松本 宏行（ものづくり大学）

1. はじめに

本課題は、ばね部と稼動部からなる系、回転部を含む系など基本的な機械要素からなるスマート機械システムに対して、数値モデル化と評価方法の確立を図り、スマート機械に対しての数値モデルによる設計、解析を可能とすることを目的とする。そのため、外部から振動を与え駆動する場合を例に、数値モデル化が可能であるか検討する。はじめに面に垂直に接する脚を持つ簡単な数値モデルを構成し、床の振動によって装置が移動する現象を再現し、加振振動数によって前進する場合と後退する場合があることを明らかにする¹⁾。また、接触タイミングを確認することで、床と脚の接触状態を明らかにし、駆動機構の原理を検討する。次に、前後に脚をもつ装置を製作し、加振振幅の大きさによって前進する場合と後退する場合があることを実験によって明らかにする。その現象を簡易数値モデルで再現することを試み、数値モデルでも同様の現象を確認したことを示す。さらに、数値モデルの改善を図り、実モデルにより近い条件での数値実験を行い、実験結果と数値解析結果を比較する。今回、前進と後退について、実験結果と数値解析結果がよい一致を示した。また、接地角度が垂直でない場合について行った実験と数値モデルによる確認を示す。微小モデルの製作と数値モデルについて検討する。

2. 数値モデルによる駆動機構の解析

簡単な数値モデルを用いて駆動機構をより詳しく検討し、数値モデルによる解析の妥当性を確認した。図1に使用した数値モデルを示す。モデルは前2脚がそれぞれ二つのリンクと回転ばねで構成され、後2脚は垂直に固定され、床に対して上下方向には拘束されて水平方向のみ移動する滑り拘束である。前2脚は同じ固有振動数 110Hz とし一緒に振動する。床は一定の振動数の正弦波で全体が振動し、装置は床の振動によって励振される。図2に、この装置の数値解析をしてそれぞれの加振振動数において静止状態から一定時間（1.5秒）に移動した距離を求めた結果を示す。105Hz 近傍で正方向（前進）への移動距離が極大値を、213Hz と 280Hz 近傍で負方向（後退）への移動距離が極大値を示す。また、それぞれの極大値を示す加振振動数における移動速度変化は、過渡的な振動状態から定常な振動状態に変化するが、定常状態になるまでの時間と定常状態での速度の大きさが違う結果を得た。

この状態の変化を確認するため、図3にモデルの重心の位置を基準としたときの前

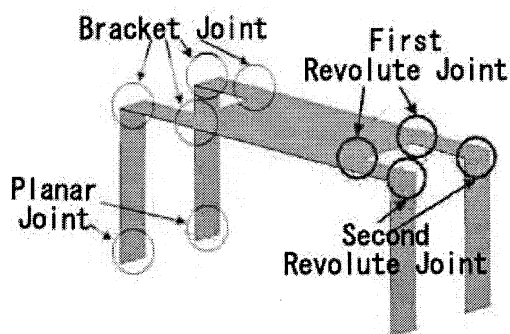


図1 数値モデル

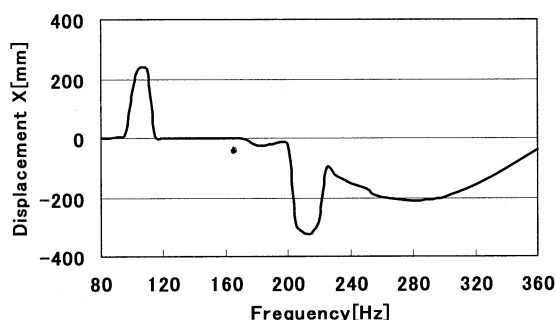
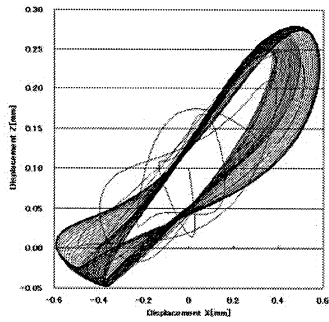
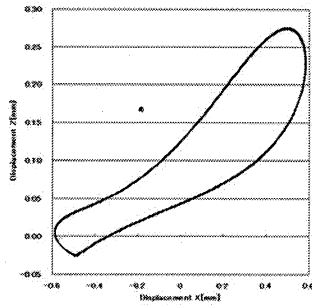


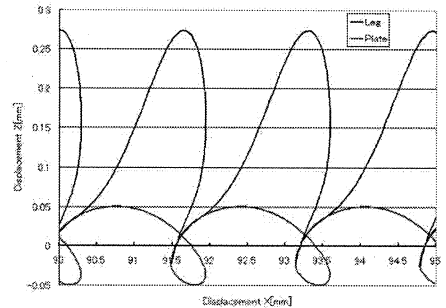
図2 加振振動数に対する移動距離



(a) 過渡状態

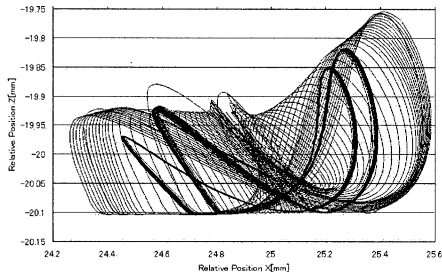


(b) 定常状態

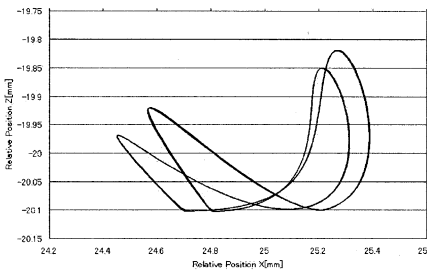


(c) 床と脚の接触

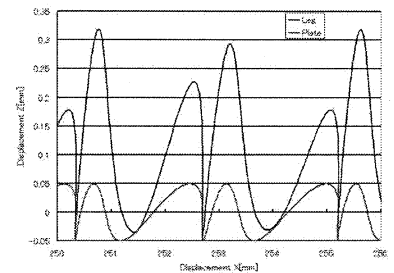
図3 脚の先端の動き(105Hz)



(a) 過渡状態

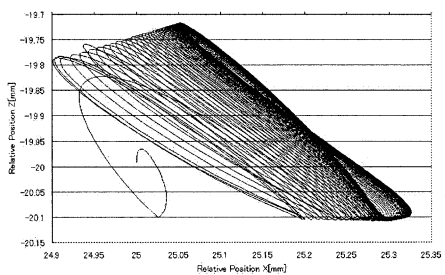


(b) 定常状態

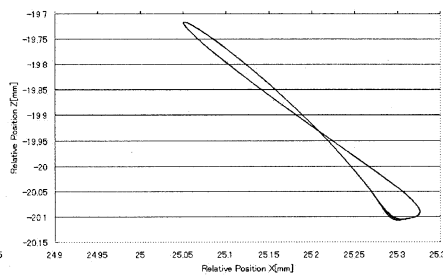


(c) 床と脚の接触

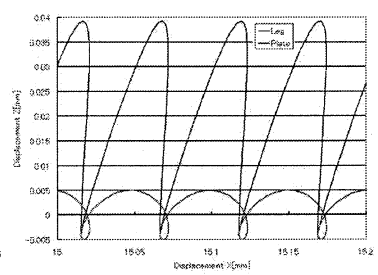
図4 脚の先端の動き(213Hz)



(a) 過渡状態



(b) 定常状態



(c) 床と脚の接触

図5 脚の先端の動き(280Hz)

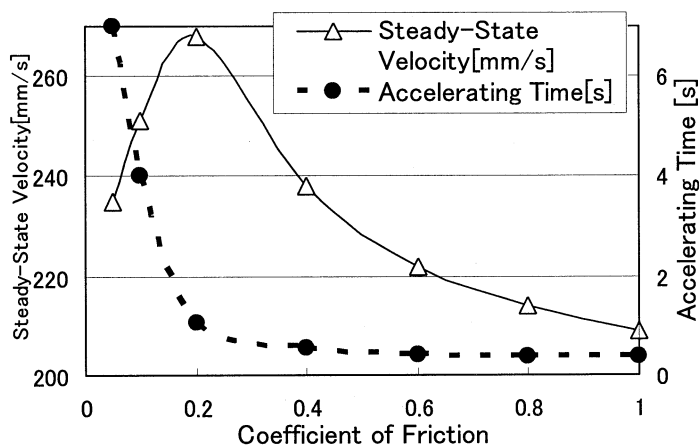
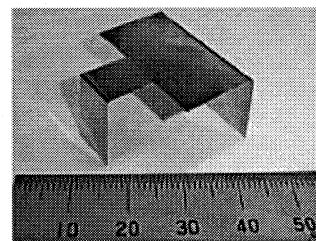
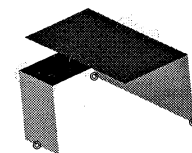


図6 摩擦係数に対する定常速度と加速時間



(a) 実モデル



(b) 数値モデル

図7 前後脚を持つモデル

脚の先端の相対位置を示す。過渡状態の図3(a)では運動が一定していないが、次第に床の動きと脚の動きが同期し、図3(b)では定常状態となり、一定の軌跡を描くようになる。軌跡は右回りである。また図4(c)は脚の先端の運動と床の運動を示している。

線が重なる時が、脚が床に接触して力が作用していることを示す。図3(c)よりかなりの接触時間があり、この加振振動数において脚と床が効率よく接触して推進力を得ていることが分かる。

同様に図4と図5に213Hzと280Hzの時の脚の先端の運動を示す。213Hzでは、床の1回の振動に対して脚は2回振動し、若干異なる二つの軌跡の運動に収束する。一連の運動の中には反対方向に力が作用する時もあるが、全体として後退方向の推進力を得て移動し、定常状態での速度も大きくなっている。図5に示す280Hzでは、105Hzと同様に床の振動数と脚の振動数が同じであるが、運動は後退方向である。これは脚の振動が2次モードで、先端の運動は反相になるためと思われる。

次に、図6に床と脚の摩擦係数を変化させた時の解析結果を加振振動数105Hzについて示す。横軸は摩擦係数、実線が定常速度、波線が定常状態になるまでの加速時間である。摩擦係数が小さい領域では、加速時間は摩擦係数に大きく依存し、摩擦係数が大きくなるにしたがって次第に短くなる。しかし、0.2以上では変化は小さい。また、定常速度は、摩擦係数が0.2で最大値を示している。摩擦係数が小さい場合は、十分な推進力を得ることができないために速度は遅く、摩擦係数が大きくなると、摩擦力が抵抗として作用し、全体の推進力は低下すると考えられる。

4. 実験と数値解析の比較

4.1 前後脚を持つ装置

次に、図7に示す実モデルを製作して実験を行った。加振振幅の大きさによって前進する場合と後退する場合がある結果を得た。さらに、図8に加振振動数を変更して前進と後退を示す加振振幅の領域を求めた結果を示す。破線の振幅が大きい場合後退し、実線の振幅が小さい場合前進する。両者の中間領域では前後に細かく振動するが移動しない。

また、図9にこの実験装置の数値モデルを作成して解析した結果を示す。数値モデルにおいても、加振振幅によって前進する場合と後退する場合があることを再現することができた。図9は図8と同様に前進領域と後退領域を示す。図8と9の領域はほぼ同様の結果を示しており、数値モデルによって振動状態を表現できているといえる。

4.2 数値実験

床に加える振動数と振幅によって、モデルがどのような挙動をするか検証するため、次のシミュレーションを行った。①一定の振動数と振幅で加振し、モデルの移動方向

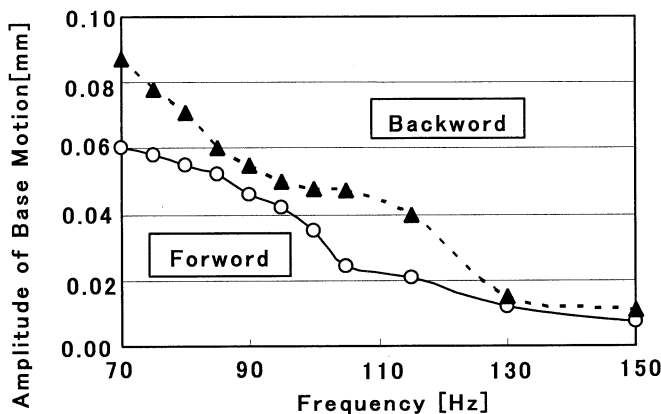


図8 実験モデルの前進領域と後退領域

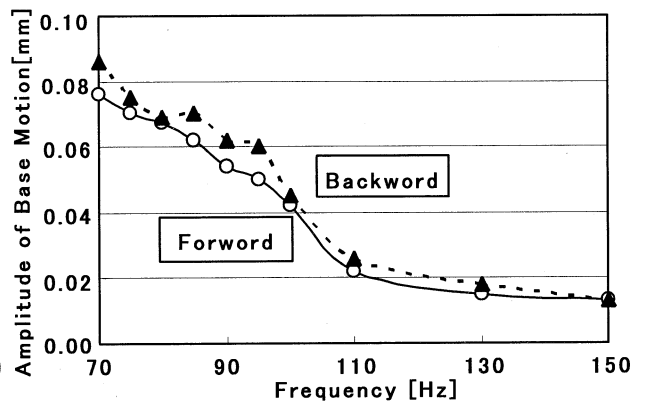


図9 数値モデルの前進領域と後退領域

および距離を求めた。また、前進・後退の領域を一定の条件で決めるため、②加振振動数一定のもとで、振幅を徐々に増加し、モデルの移動挙動を求めた。これにより、一定の条件での数値実験が可能となる。図 10 に加振振動数 55Hz で加振振幅を一定量で増加した場合の結果を示す。図 10(c) は、モデル全体の水平方向の移動距離を示している。時間は下から上経過する。したがって、加振振動数 55Hz では、はじめ後退（左上がり）し、加振振幅が増加すると前進と後退を繰り返す（停滞）、その後前進（右上がり）に転ずることが分かる。またその時の脚上端に対する脚先端の挙動を、図 10(a) に前脚、図 10(b) に後脚の結果を示す。実線は、モデルに対する脚先端の水平方向の相対的位置を示している。脚先端の軌跡が横軸の正にあれば、脚は前方に、負にあれば後方に振れていることを表している。また、図中の◇印と△印は、床と脚の先端が接触していることを示している。図 10(a)(b)においてモデルが後退している間は、前後脚共、接触を示す◇印と△印は右上がり（すなわち前方向に移動）のときに床に接触し、効率よく前進の推進力を得ていることが分かる。しかしさらに振幅が増大すると、そのタイミングがずれ始め、前進と後退が繰り返される。特に後脚は水平変位の極大値の近傍で接触している。さらに加振振幅が増大すると、今度は◇印と△印が左上がり（後ろ方向に移動）のときに接触し、効率よく前進の推進力を得ていることが分かる。以上のことは、モデルの移動をよく説明している。この挙動は、前進・後退の領域は異なるものの、他の振動数においても同様の傾向を示しており、本モデルでの移動原理であると考えることができる。

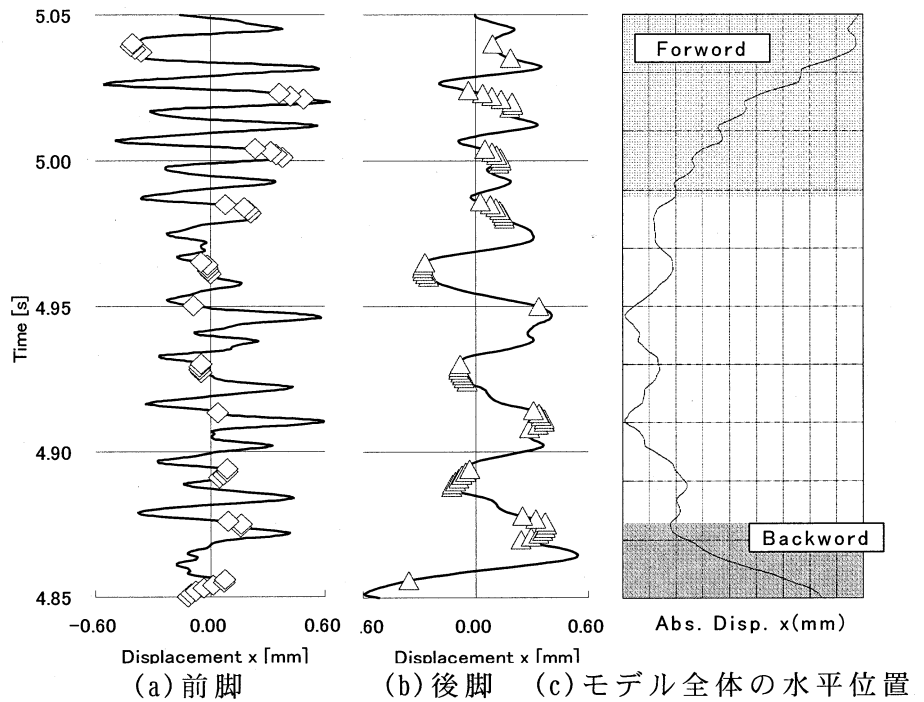


図 10 モデルの水平位置と脚先端の水平相対変位

4.3 接地角度の影響

同様に接地角度を変化させた場合の結果を図 11 に示す。静止から前進を始める領域は接地角度にあまり依存しないが、後退領域は広がる傾向にある。また、図 12 に数値モデルの検討結果を示す。同様の傾向があることが確認された。

4.4 モデルサイズの影響

図 13 に 1/100 倍にスケールダウンしたモデルの結果を示す。同様に前進領域と後退領域を示す。また、吸着力を模擬した接触要素を付加した数値モデルを構築した。吸着力は相対距離の 2 乗に比例し最大吸着力を設定した。結果を図 14 に示す。吸着力により前進領域と後退領域の変化を確認できる。

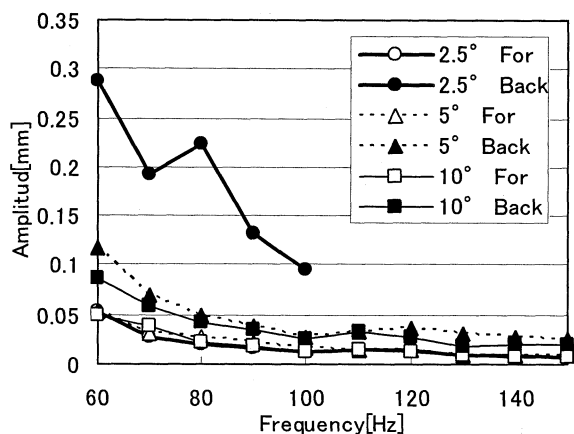


図 11 実験モデルの接地角度変化

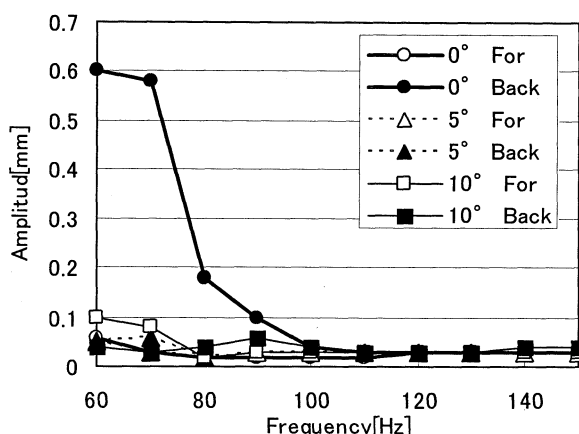


図 12 数値モデルの接地角度変化

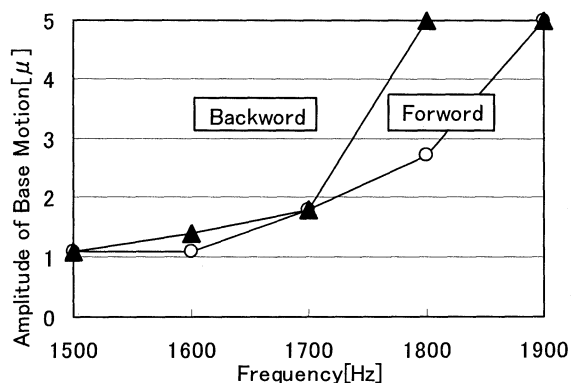


図 13 スケールダウンした数値モデル

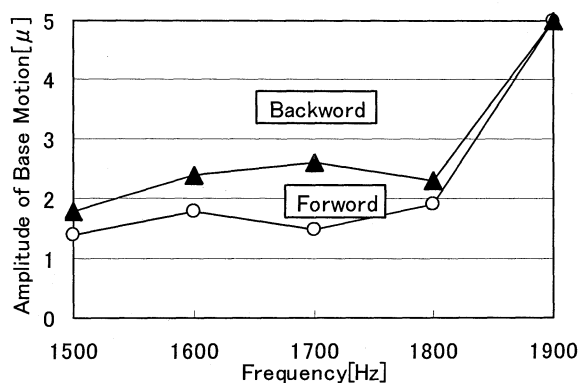


図 14 静電力を模擬した数値モデル

5. おわりに

外部加振を受ける装置を例に数値モデル化について検討を行い、以下の結果を得た。

- 1) 前脚モデルの数値解析を行い、床と脚の振動数に依存し、脚の振動と床の振動のタイミングによって前進する場合と後退する場合があることを確認した。加速時間とそのときの定常速度は、摩擦係数等により変化し、速度は極大値を持つ。
- 2) 前後に脚を持つ装置を製作し、加振振幅によって前進する領域と後退する領域があることを実験により確認し、数値モデルにおいても同様の現象と領域を確認した。また、加振方法を工夫し、前進・後退の様子を確認してその移動原理を明らかにした。
- 3) 接地角度を変えた検討を行い、前進領域と後退領域の変化を確認した。また、スケールダウンした数値モデルを構築し、同様の傾向があることを確認した。さらに、吸着力を模擬した要素を付加し挙動の変化を確認した。

数値モデルは、実モデルで確認され加振振幅によって前進する場合と後退する挙動を、リンクと回転ばねを用いた数値モデルで再現し、その推進原理を明らかにした。実際の装置は弾性体であるが、固有振動数を調整して同相と反相を表現できる等価2自由度モデルを用いれば、床との接触点における相対的な運動をある程度表現できるといえる。固有振動数の調整は2リンクと回転ばねの調整で可能である。今後は、数値モデルの精度向上を図り、移動状況を種々検討してデータを蓄積し、実際の装置の脚先端の挙動をさらに明らかにすることで、接触状態を同定することに利用することも考えられる。

参考文献

- 1) 飯島他2名, 機械学会 No.040-2, p.305, 2004-9

IV マイクロエネルギーシステムに関する研究

4. マイクロエネルギーシステムに関する研究

Study on Micro-Energy-Systems

責任者 小泉 安郎

4.1 小泉 安郎、大竹 浩靖、宮下 徹、菱田 誠、田中 学、松村 邦仁

4.2 雑賀 高、是松 孝治、田中 淳弥、石井 千春

4.3 佐藤 光太郎、富田 幸雄、横田 和彦

4.4 小野寺 一清、志澤 恭彦

Yasuo Koizumi, Hiroyasu Ohtake, Toru Miyashita, Makoto Hishida, Gaku Tanaka, Kunihito Matsumura, Takashi Saika, Koji Korematsu, Junya Tanaka, Chiharu Ishii, Kotaro Sato, Yukio Tomita Kazuhiko Yokota, Kazukiyo Onodera and Yasuhiko Shizawa

1. はじめに

大テーマ4では、「マイクロエネルギーシステムに関する研究」を主題としている。

サブミリスケールのスマート機械・マイクロバイオシステムを構成する個々の部品（要素）はマイクロスケールのオーダーである。したがって、これらサブミリスケールのスマート機械・マイクロバイオシステムの実現には、駆動エネルギー（エネルギー伝達）の面で、それに適用可能なマイクロエネルギーシステムの開発およびマイクロスケール下の熱流体挙動の把握が不可欠である。本大テーマ4では、4つの小テーマに分かれて、標記の研究を行っている。具体的な研究目標は、マイクロエネルギーシステム技術の定量的な確立であり、マイクロエネルギー機器およびシステムの開発とマイクロスケール下の熱流体挙動の把握である。特に、マイクロファブリケーションを利用して、マイクロポンプ、マイクロクーラー、マイクロバルブ、ウルトラマイクロガスタービン、バイオハイドロゲン等の具体的な試作品の製作および開発を通して、実験的および解析的な検討を進めている。

下記の組織で4つの小テーマの下に研究が遂行されている。

・研究責任者 小泉安郎（機械工学科・教授）

小テーマ

4.1 マイクロスケール下の熱流体挙動・伝熱機器とエネルギー発生輸送機器の開発に関する研究
小泉安郎（機械工学科・教授）、大竹浩靖（機械工学科・助教授）、宮下徹（機械工学科・講師）、菱田誠（千葉大学）、田中学（千葉大学）、松村邦仁（茨城大学）

4.2 マイクロ燃料電池および Ultra Micro Gas Turbine の開発に関する研究
雑賀高（国際基礎工学科・教授）、是松孝治（機械工学科・教授）、田中淳弥（機械工学科・講師）、石井千春（国際基礎工学科・助教授）

4.3 マイクロポンプ内部流れと性能特性に関する基礎的研究
佐藤光太郎（国際基礎工学科・教授）、富田幸雄（北教育大）、横田和彦（名工大）

4.4 地球上の余剰バイオマスをエネルギーとした微生物による水素ガス生産に関する研究
小野寺一清（総合研究所客員研究所員）、志澤恭彦（日本大学短期大学部）

次ページ以降に各小テーマごとに主な研究成果をまとめる。

4. マイクロエネルギーシステムに関する研究

4. 1 マイクロスケール下の熱流体挙動・伝熱機器とエネルギー発生輸送機器の開発に関する研究

小泉 安郎、大竹 浩靖、宮下 徹

4-1 Study on Micro-Fluidics and Micro Heat Transfer and Development of Heat Transfer and Power Generation Equipments in Micro Scale

Yasuo Koizumi, Hiroyasu Ohtake, Toru Miyashita

1. はじめに

小テーマ4. 1では、「マイクロスケール下の熱流体挙動・伝熱機器とエネルギー発生輸送機器の開発に関する研究」と題し、サブミリスケールの相変化伝熱、二相流動および伝熱流動に関する研究を行っている。これまでの各年度の主な報告をまとめると、

2003年度 研究計画と気泡駆動型マイクロポンプの開発

2004年度 マイクロチャネルにおける单相流、二相流の摩擦圧力損失に関する研究、ループ型マイクロヒートパイプの開発

2005年度 マイクロチャネルにおける单相流・二相流の摩擦圧力損失に関する研究、ループ型マイクロヒートパイプの原理、流体素子を応用したマイクロバルブの開発、微小流体回路内における循環流形成に関する研究

2006年度 MEMS 技術による高性能沸騰伝熱面の創生、水平微小流路内沸騰熱伝達特性に関する研究、マイクロ熱交換器用極細管群の熱伝達と流動挙動に関する研究、ミニチャンネルの二相流の研究、ミニチャンネルの沸騰熱伝達の研究、ミニチャンネルを利用した薄液膜冷却、沸騰伝熱の素過程検討

である。最終年度も引き続き、

2007年度 MEMS 技術による高性能沸騰伝熱面の創生、水平微小流路内沸騰熱伝達特性に関する研究、マイクロ熱交換器用極細管群の熱伝達と流動挙動に関する研究、ミニチャンネルの二相流の研究、ミニチャンネルの沸騰熱伝達の研究、ミニチャンネルを利用した薄液膜冷却、沸騰伝熱の素過程検討

を行っている。すなわち、マイクロエネルギーシステムの熱流体デバイスの開発とマイクロ熱流体工学の構築を行った。

最終年度の報告として、各テーマの結論を中心に報告する。

2. MEMS 技術による高性能沸騰伝熱面の創生

Fig. 2-1 に伝熱面作製手順を示す。両面を鏡面仕上げした厚さ 0.28 mm のシリコンウェハの片面に沸騰の核となる微細構造及びキャビティを DRIE (ディープ・リアクティブ・イオン・エッチング装置) を用いて作製する。微細構造を作製した面の裏側に酸化シリコン、クロムの順にスパッタする。酸化シリコンはシリコンウェハの裏面全体に生成し、クロム薄膜は Fig. 2-2 に示すような部分的に幅を細くした形状に生成する。その後、ダイシング装置により微細構造を中心に配置し 20 mm x 20 mm の正方形に

裁断する。最後に Fig. 2-2 に示す 10mm x 10mm のクロム薄膜部を通电加熱するため、その両側のクロム薄膜に導電性接着剤を用いて銅線を接着する。

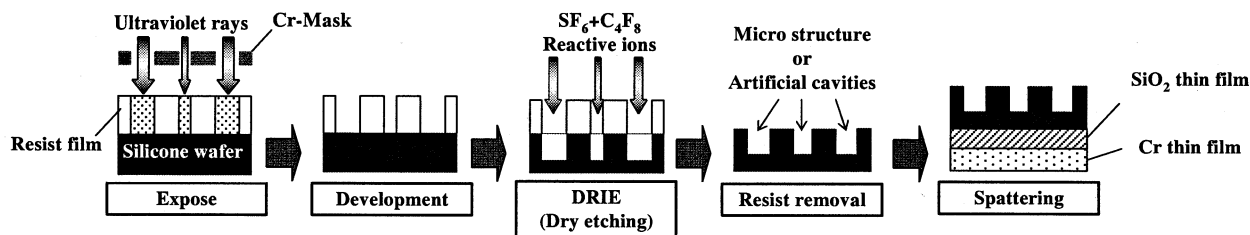


Fig.2-1 Fabrication procedures of micro structures with Chrome micro heater

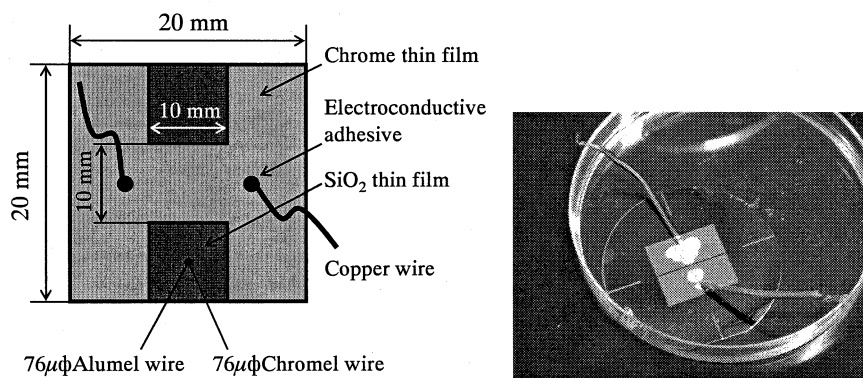


Fig. 2-2 Details of back-side heat transfer surface

Fig. 2-3 に実験装置概要を示す。

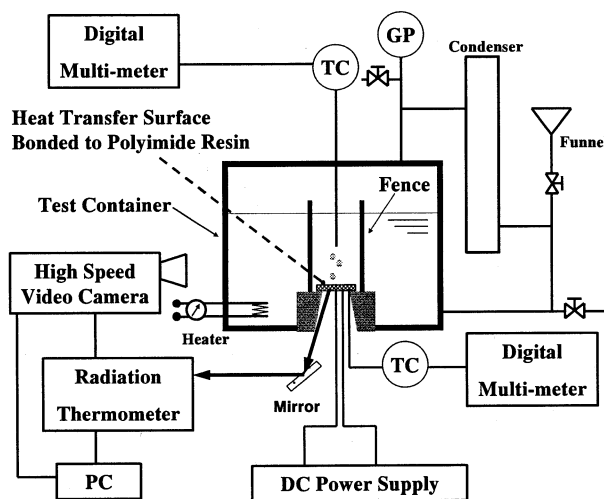


Fig. 2-3 Experimental apparatus

深さ 40μm、キャビティ開口径 10μm のキャビティを間隔 2mm で 3行 3列に配置した伝熱面をクロム薄膜で加熱し、気泡の発生が確認できた実験結果を Fig. 2-4 に二重丸プロット付きの実線で示す。また小泉ら⁽²⁻²⁾はキャビティ無し、算術平均平面粗さが 0.01μm 以下の鏡面仕上げシリコンウェハを伝熱面とした実験と、単一のキャビティを施した人工伝熱面、間隔 2mm で直線上に 3個配置した伝熱面を用

い、レーザー照射加熱による実験を行っている。それらの結果も比較のため Fig. 2-4 にプロットした。

クロム薄膜加熱による本実験結果は、レーザー加熱時の実験結果同様に気泡発生が見られ Rohsenow の核沸騰相関式^(2,3)と同様の傾向を示している。また 3x3 のキャビティを作製した伝熱面は、単一キャビティとトリプルキャビティを付加した伝熱面に比べて、過熱度の増加に対する熱流束の増加が極めて大きく高熱流束域では、今回の伝熱面性状が有利になるものと考えられる。今後、様々な伝熱面形状で高熱流束域まで実験する必要があるが、加熱面のサイズをマイクロスケールまでも任意に設定できるクロム薄膜をヒーターとして沸騰実験を行えることが確認できた。

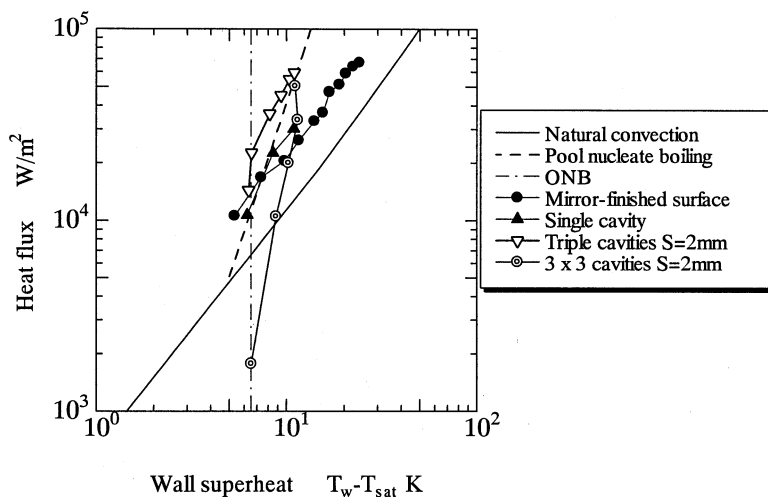


Fig. 2-4 Boiling curve

結論として、深さ 40 μ m、キャビティ開口径 10 μ m のキャビティを間隔 2 mm で 3 行 3 列に配置した伝熱面をクロム薄膜で加熱し、水プール沸騰実験を行った。今後、様々な伝熱面形状で高熱流束域まで実験する必要があるが、加熱面のサイズをマイクロスケールまでも任意に設定できるクロム薄膜をヒーターとして沸騰実験が行えることを確認した。

3. 水平微小流路内沸騰熱伝達特性に関する研究

Fig.3-1 に本実験装置概略図、テスト部詳細を示す。

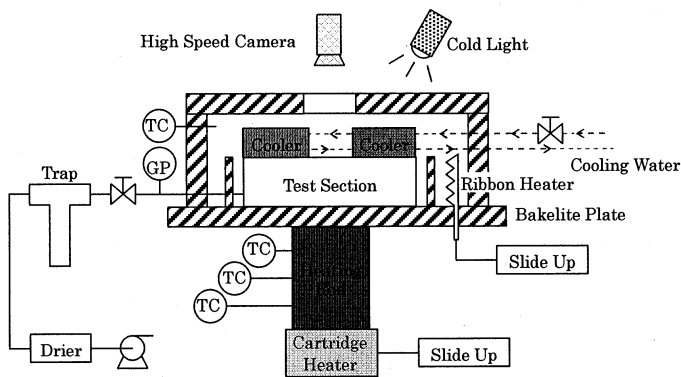


Fig. 3-1 実験装置

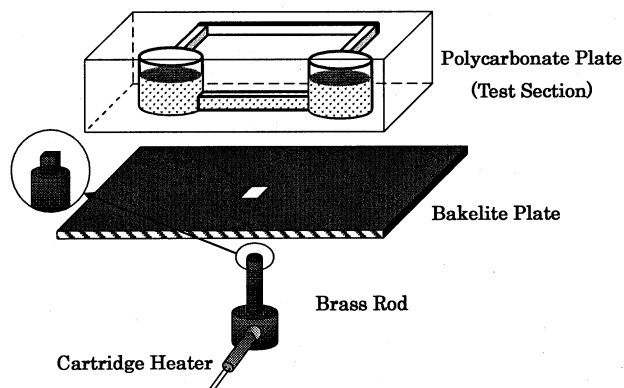
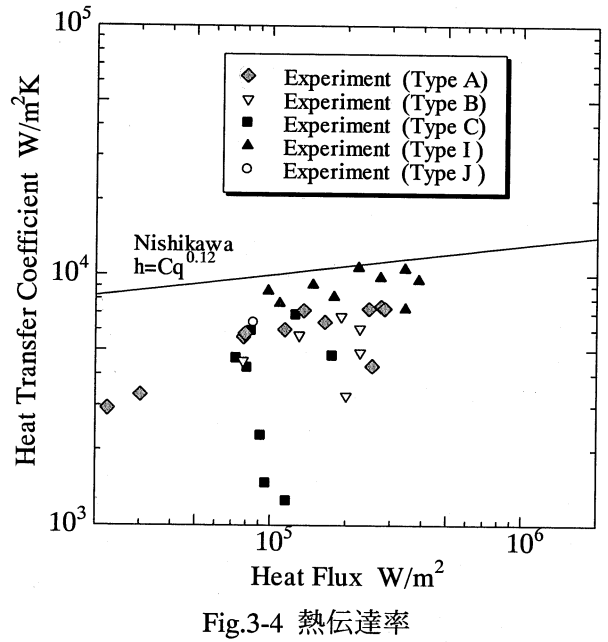
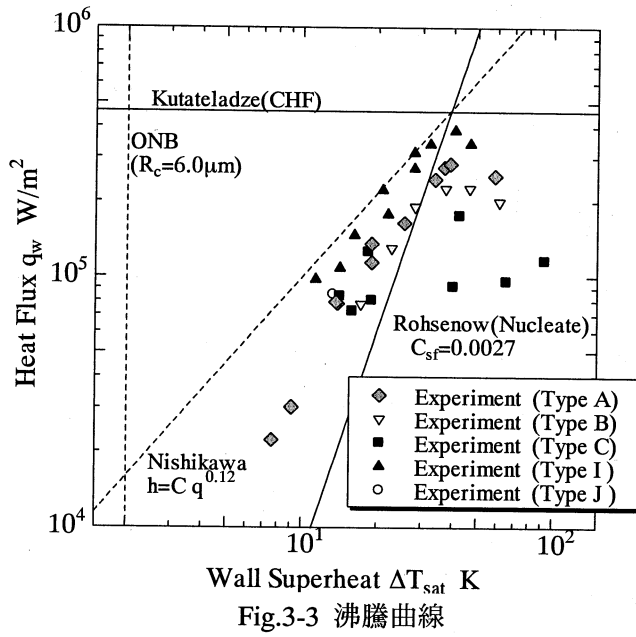


Fig. 3-2 テストユニット

Fig. 3-3 に沸騰曲線、Fig. 3-4 に熱伝達特性を示す。



結論として、極小伝熱面を有する水平設置のサブミリスケール及びミリスケール流路、制限空間内の沸騰熱伝達特性、特に、核沸騰領域における伝熱特性及び限界熱流束を実験的に検討し、以下のことを明らかにした。

- ・ 流路断面の大きい条件では、過熱度 10K 以上から西川らの相関式に近く、通常スケールとは、異なる結果となった。
- ・ 高さが 4.0mm (Type A,I) のときは流路幅に関係なく西川氏の熱伝達整理式と定性的に一致することがわかった。Type B では熱伝達率が若干低いものの、Type A,I と同様に、西川氏の熱伝達整理式と定性的に一致する結果となった。
- ・ 熱伝達率は熱流束とともに上昇し、流路断面積に関係なく、ほぼ同一点から減少しており、通常スケールの相関式で予測できると考えられる。
- ・ Type J,K では、加熱面上で蒸気泡が発生・合体した後、蒸気泡が伝熱面上に停滞し気液の流動が起らない。

4. マイクロ熱交換器用極細管群の熱伝達と流動挙動に関する研究

実験装置系統図を Fig.4-1 に示す。Fig.4-2 に、PTV 計測の概要図を示す。

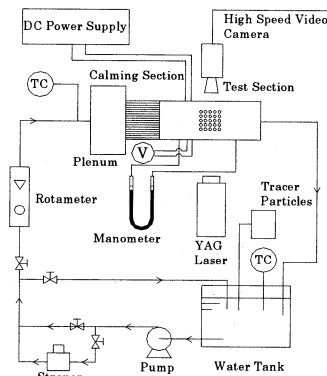


Fig.4-1 Experimental Apparatus

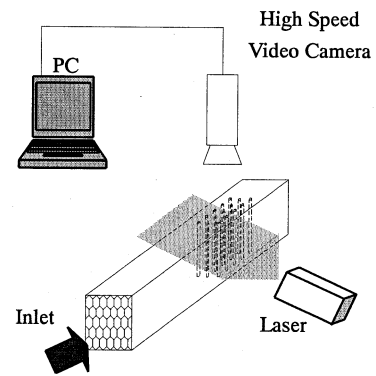


Fig. 4-2 Flow Visualization Setup

また、汎用熱流体計算コード STAR-CD を用いて、実験と同条件で 2 次元数値シミュレーションを行った。

単管の場合の結果を Fig.4-4 に、管群 1×5 の結果を Fig.4-5 に示す。1 列目の測定値、Nu 数で規格化した結果が Fig.4-6 である。

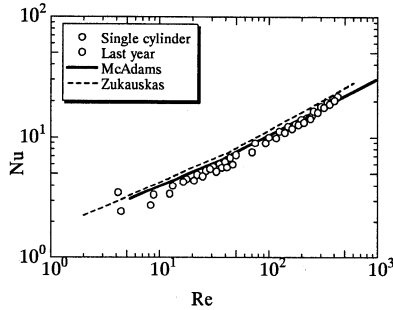


Fig. 4-4 Heat Transfer Coefficients
(Single Rod)

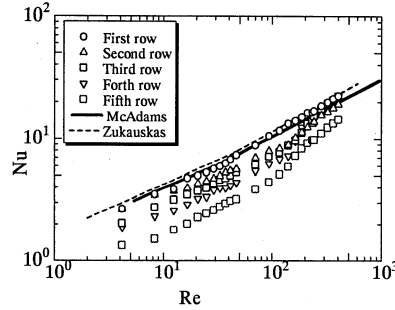


Fig. 4-5 Heat Transfer Coefficients
(1×5)

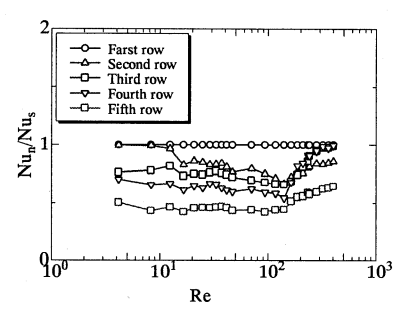


Fig. 4-6 Normalized Heat Transfer Coefficients(1×5)

Fig.4-7 および Fig.4-8 は PTV、PIV 法により速度場の計測結果である。

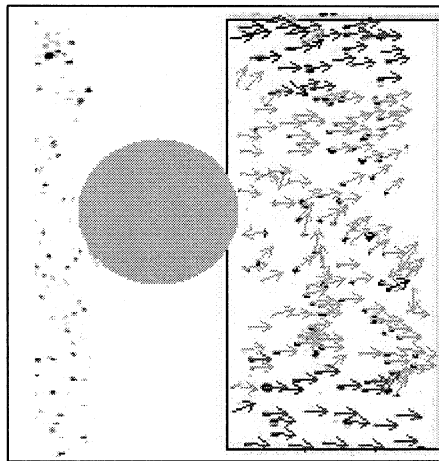


Fig.4-7 Flow Field by PTV
(5×5, First Row, Re=8)

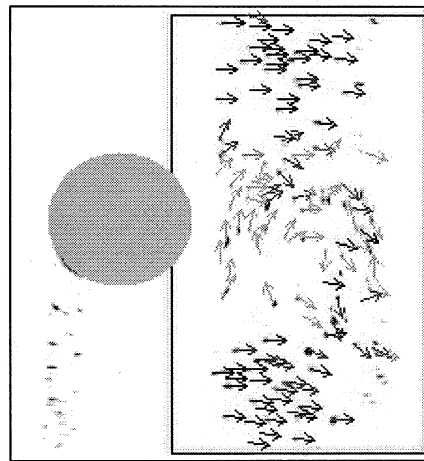
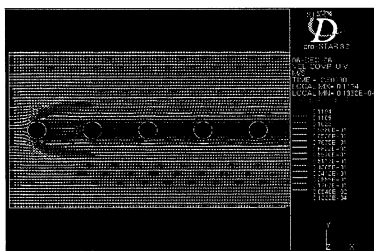
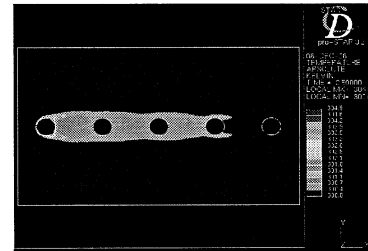


Fig.4-8 Flow Field by PTV
(5×5, Third Row, Re=205)

STAR-CD による管群 1×5 の結果、速度場及び温度場を Fig.4-9、Fig.4-10 に示す。

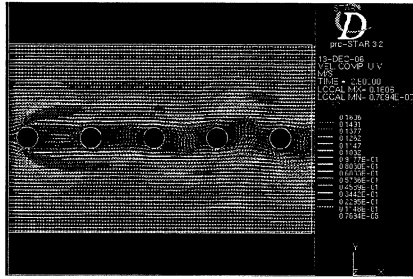


(a) Velocity Distribution

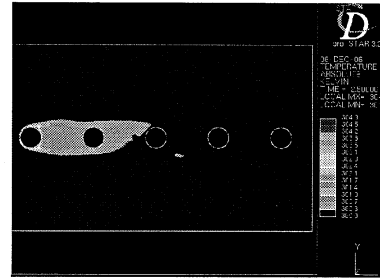


(b) Temperature Distribution(Heating 1st Row)

Fig.4-9 Analytical Result of 1×5 Tube bank (Re=85, Left-to Right Flow)



(a) Velocity distribution



(b) Temperature Distribution(Heating 1st Row)

Fig.4-10 Analytical Result of 1x5 Tube bank (Re=110, Left-to Right Flow)

直径 1mm の細管を用いた $Re=4\sim 400$ の細管群の熱伝達実験、可視化実験、並びに STAR-CD コードによる解析結果から、以下の結論を得た。

1. 1 列目熱伝達率は単管の従来相関式により良く表された。
2. 管群で、2 列目以降熱伝達率は 1 列目の値より小さく、下流に行くほど顕著であった。この熱伝達率の低下は Re 数が 200 付近から回復の傾向が見られた。
3. 流れの可視化、また、STAR-CD コードによる解析結果から、2 列目以降の熱伝達率の低下は、前列の管により形成される後流域の滞留化によることを明かとした。

5. マイクロポンプの開発

Fig.5-1 に実験装置概略図を示す。

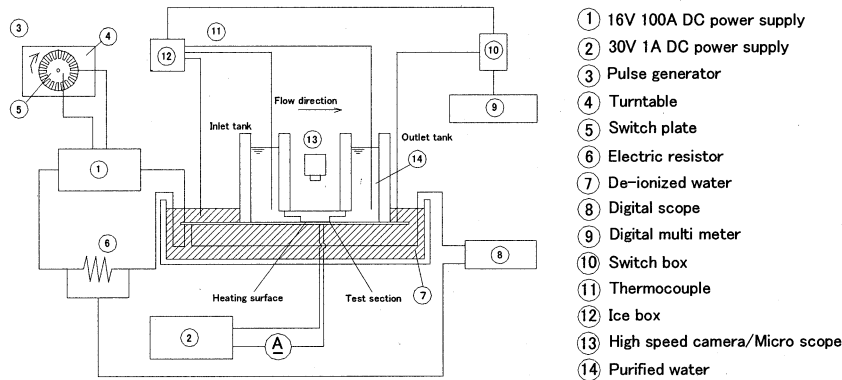


Fig.5-1 Experimental Apparatus

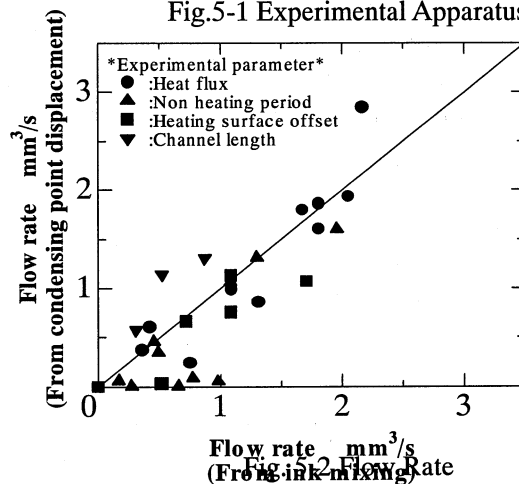


Fig.5-2 が計測結果である。最大吐出流量は $2 \text{ mm}^3/\text{s}$ である。

結論として、微小流路内で中心からずれた位置で周期的に気泡を沸騰、生成、消滅させ、流路内に一方向流れ（マイクロポンプ）を形成させた。(1) 加熱量の増加に伴い液流速は速くなり、非加熱時間の増加、加熱位置を入口側へずらすことで、それぞれ液流速は低下した。およそ液流速 $1.73\text{mm/s} \sim 10.4\text{mm/s}$ 、流量に換算して $0.360\text{mm}^3/\text{s} \sim 2.16\text{mm}^3/\text{s}$ の液の流動を確認した。(2) 気泡凝縮時収縮速度は沸騰時成長速度より速く、また、短い流路側の気泡界面速度は長い流路側の気泡界面速度より速い。(3) このことに注目し、流路内液塊の運動を考えることにより流路内に一方向流れが発生することを示した。

6. ループ型マイクロヒートパイプの開発

Fig.6-1 に実験装置概略図、Fig.6-2 にテスト部の詳細図を示す。

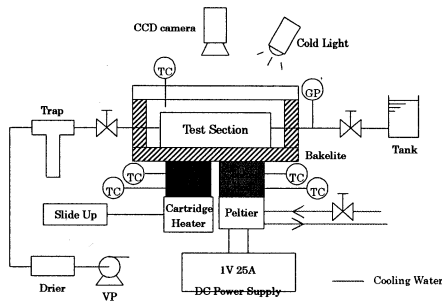
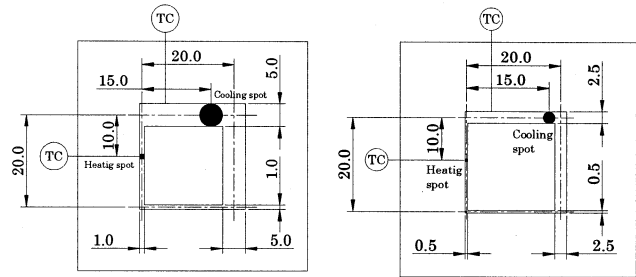


Fig.6-1 Experimental Apparatus



(a) Type A

(b) Type B

Fig.6-2 Test Section

Fig.6-3 が、実験結果である。最大 2 W の熱輸送能力を得た。特に、Fig.6-4 に見られるように、軽量化に優れる。

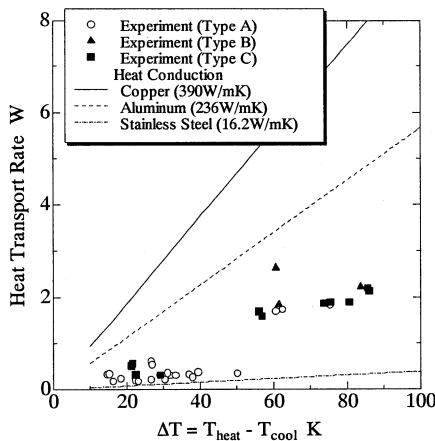


Fig.6-3 Heat transport efficiency

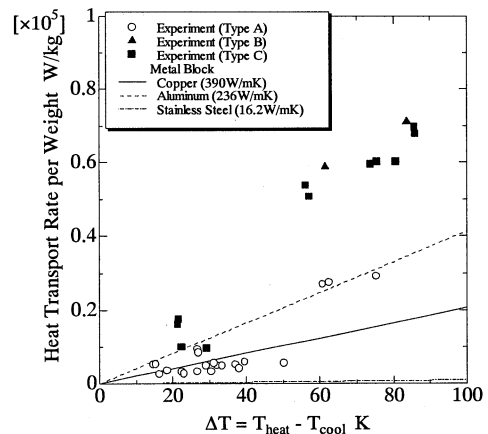


Fig.6-4 Heat transport efficiency per weight

2つの狭流路及び2つの広流路から成るループ型ヒートパイプを製作し、その熱輸送特性、流動特性を実験的、解析的に検討を行い、以下の結論を得た。

1. 加熱部で発生した蒸気泡は、広流路へ移動し、それらの蒸気泡は合体し、大きなバブルを形成した。そして、その蒸気泡は冷却部に到達し、消滅した。このサイクルは着実に繰り返され、定常的な循環流が本マイクロヒートパイプにおいて形成された。
2. 流れ方向は、どの場合においても、狭流路から広流路であり、本装置がヒートパイプとして機能

する。

3. 本マイクロヒートパイプは重力に対して影響を受けない、マイクロヒートパイプの可能性を持っている。
4. 流動抵抗に基づく流量解析の結果、一方向の循環流の形成が示せた。
5. 循環流速は熱量の増加とともに大きくなり、本解析結果はその傾向とよく一致する。
6. 本マイクロヒートパイプの熱輸送性能は、熱輸送デバイスとして、すべての条件でステンレス鋼の熱輸送性能より良く、かつ銅のそれより上回る作動条件も得た。

7. 流体素子を応用したマイクロバルブの開発

Fig.7-1 および Fig.7-2 にテスト部概略図を示す。

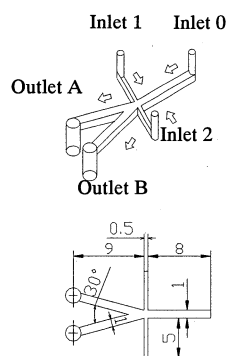


Fig.7-1 Test section Type A

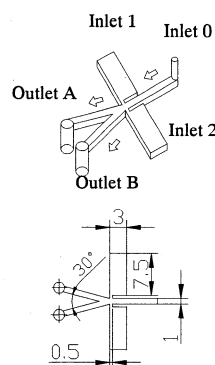


Fig.7-2 Test section Type B

Fig.7-3 が計測結果である。比例型バルブの特性が確認された。

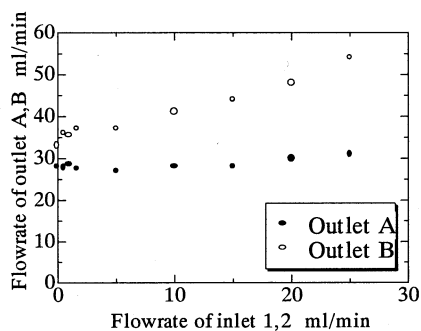


Fig.7-3 Experimental result

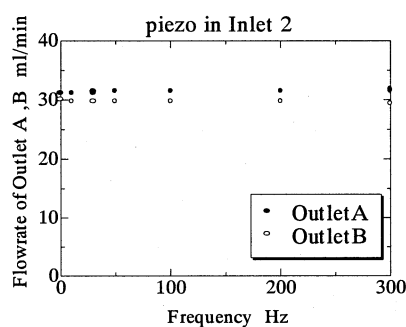


Fig.7-4 Experimental result

7-4

結論として、主流部に対して垂直に信号流を送ると、その信号と対角線上にある出口の流量が増えること（比例型バルブ特性）を確認した。併せて、Zero-net-mass-flow Jet の適用の可能性を検討した。

8. 微小流体回路内における循環流形成に関する研究

Fig.8-1 に実験装置概略図、 Fig.8-2 にテスト部の概略図を示す。

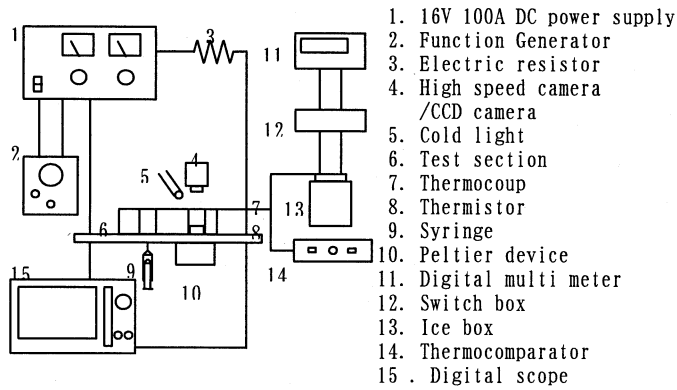


Fig. 8-1 Experimental apparatus

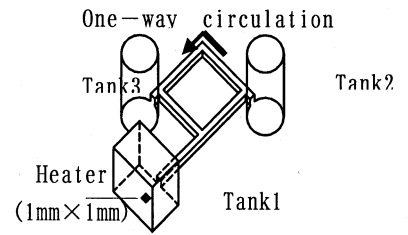


Fig. 8-2 Circulation type microchannel

Fig.8-3 が実験時の可視化画像である。反時計回りの一方向性流れが形成されていたことを確認した。

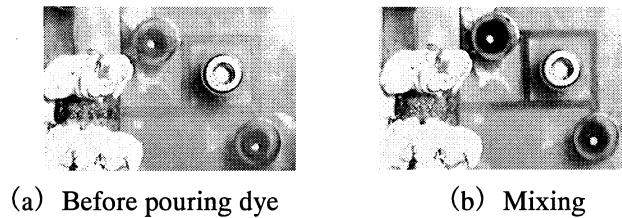


Fig.8-3 Visualization of Flow State

結論として、T字分岐部を有する微小流体回路内で一方向性流れが生じ、流路内で循環流れが発生すること、振動流流速が大きい程、一方向性流れの速度が大きいことを確認した。

9. マイクロチャネルにおける单相流、二相流の摩擦圧力損失に関する研究

Fig.9-1 に実験装置概略図を示す。

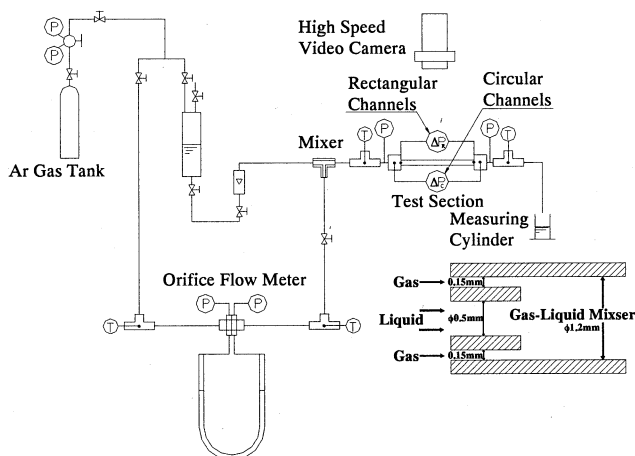


Fig. 9-1 Experimental apparatus

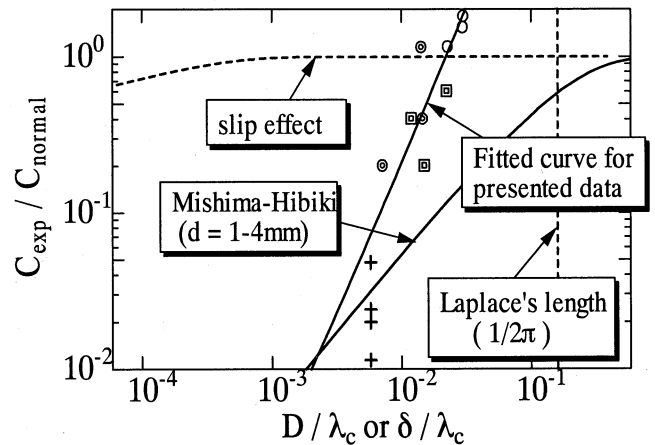


Fig.9-2 Frictional pressure drops of two-phase flow in mini-pipes

Fig.9-2 の実験結果を示す。二相流においては、直径 0.25 mm 以下、すなわち、 $D/\lambda_c < 0.02$ で、ミニチャンネル効果が認められる。

結論として、直径 0.1~0.6mm のミニパイプ内摩擦圧力損失、ミリスケールサイズで構成される急縮小

部と急拡大部の圧力損失の測定および汎用数値計算コードを通して、極狭隘流路内気液二相流動特性を検討し、その結果、形状損失に対する新たな相関式を提案し、摩擦損失に関し直径 0.25mm から従来相関式と逸脱しその原因が slip 流効果であることを示唆し、ミニ流路の相関式を提案した。

10. おわりに

小テーマ4. 1「マイクロスケール下の熱流体挙動・伝熱機器とエネルギー発生輸送機器の開発に関する研究」の5年間の研究成果を簡単にまとめた。

4. マイクロエネルギーシステムに関する研究

4. 2 Ultra Micro Jet Engine の開発に関する研究

雑賀 高, 是松 孝治, 田中 淳弥

1. まえがき

最近では機械を極限まで小型化する研究が盛んになっている。そこで、ジェットエンジンを極限までマイクロ化したジェットエンジンを Ultra Micro Jet Engine (UMJE) と呼び、その「姿」を明らかにする。UMJE の「姿」は、燃焼室内の火炎の安定化や消炎現象に基づく燃焼室の最小寸法に支配されると考えられる^{[1],[2]}。現在のマイクロ加工技術はマイクロオーダーで製造することが可能であるが、いくら精密に加工しても消炎現象により燃焼しなければ、推力を得ることはできない。よって、マイクロ化限界を決める上で問題となるのは消炎現象であり、本研究の最も重要な要素になると考えられる。

UMJE の利用目的としては、ラジオゾンデ（気球により上昇し、落下傘により降下する）に代わる大気観測および気象観測に利用するか、あるいは教育用実験装置を想定している。以上の使用目的のため、構造を簡単にして加工効率を上げる設計開発を行った。

応用として小型宇宙機として宇宙空間にて母船から分離されて周辺の情報収集し、母船の故障時には故障箇所や原因の特定を行い、また、探査プローブとして、真っ先に未知の領域に飛び込み、さらには母船に生きて戻ってくるような、いわば斬り込み役を買って出る高い機動性を持つ宇宙機の機位置や姿勢を変えるためのスラスターの燃焼器に利用すると考える。

本研究では、UMJE 燃焼室の設計指針を与えるための実験を行った。そこで、燃焼室の簡単なモデルを製作し、消炎実験を行い、マイクロ化限界を明らかにするとともに、その結果を参考にして実機の燃焼室を設計する。エンジンの形式は回転機構を持たないラムジェットエンジンを想定している。

2. エンジンのモデリングと実験装置

2-1 モデリング

想定している無圧縮機ジェットエンジンのラムジェットエンジンは、空気取入口で発生する衝撃波によって空気を圧縮するので、タービンエンジンに用いられていたターボ圧縮機は不要になる。したがって、圧縮機を駆動するタービンも不要になり、エンジンの構造は非常に簡単になり、それに伴いエンジン自体の重量も軽くすることができる。

また、エンジン性能を向上させるため、燃料である液体燃料をエンジンの排熱を利用して気化させる形状（エキスパンダサイクル）にエンジンを設計する。この際、十分な推力

と熱量を得られ、保炎できる形状に設計することが必要となる。そこで、まずノズル配置などのエンジンの燃焼室のみの設計を行い、酸化剤と燃料を用いた燃焼実験による燃焼限界と火炎の様子を観察する。その結果を考慮してエンジン全体の設計指針とする。

酸化剤と燃料を供給する流路は加工効率を優先して六角の棒材の側面にボールエンドミルで断面が半月型の流路に切削加工し、熱伝達によってエンジンの過加熱を防止するとともに燃料を気化する。また燃料供給ノズルをこのように配置することによって無圧縮機エンジンの空気圧縮工程の空気流路の配置と2流体の混合の効率化を考慮した。

2-2 実験装置

実験では燃焼器に接続するインジェクター部品と同じノズル形状のモデルを利用して燃焼を行った。実験用モデルは図1に示すように中央に空気ノズル、それを囲うように6箇所の燃料供給ノズルを配置した燃焼器を製作した。実験では、空気ノズルの直径を $\phi 4$ 、燃料供給ノズルの直径 D_f を $\phi 1$ 、 $\phi 0.5$ とし、燃焼室の直径 D_c を $\phi 25$ 、 $\phi 30$ 、 $\phi 40$ とした。また、燃焼室に注目した実験となるため、扱い易さを優先して燃料にメタンを使用した。圧縮空気の供給にはコンプレッサーを利用し、供給圧力 0.49MPa で供給し、メタンガスはポンベより 0.5MPa で供給した。

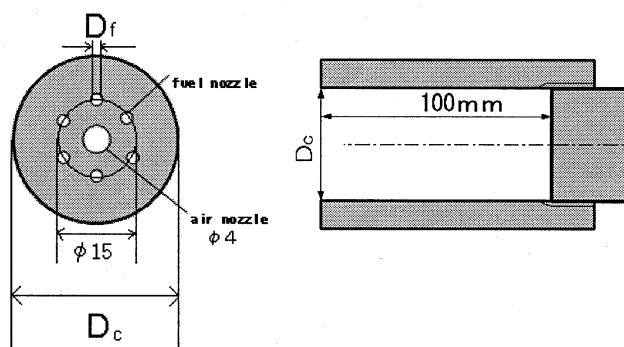


図1 ノズル配置と燃焼室

3. 実験結果と考察

3-1 燃焼実験結果

図2の実験装置を使用して燃焼実験を行ったところ、空気流量 $3\text{L}/\text{min}$ 以上の燃焼はいずれの条件でも困難であった。 $3\text{L}/\text{min}$ 以下の燃焼の様子は表1に示される通りの結果となった。単数火炎と複数火炎とは図3に示されている火炎の形状である。また、この実験により、以下のことが判明した。

- 燃焼室直径が燃料供給ノズル径に対して大きい場合、燃料と空気のノズルそれぞれに火炎が形成される。燃焼室直径が燃料供給ノズル径に対して小さい場合、燃焼室内に1つの大きな火炎が形成される。
- 複数の火炎ができる場合は燃料と空気の流量を変化させても火炎はある程度安定する。
- 単一の火炎ができる場合は火炎が安定せず、流量範囲が狭い。
- 燃焼室直径 $\phi 25$ で流速が小さい時に着火させようとする、振動燃焼のような現

象が起きた。

- $\phi 30$ の燃焼室, $\phi 0.5$ の燃料供給ノズルの条件で化学量論比での速度比は $\lambda = w_f / w_A = 1.18$ であり, 火炎の長さは約 90mm でそれぞれのノズル出口に付着して安定した。

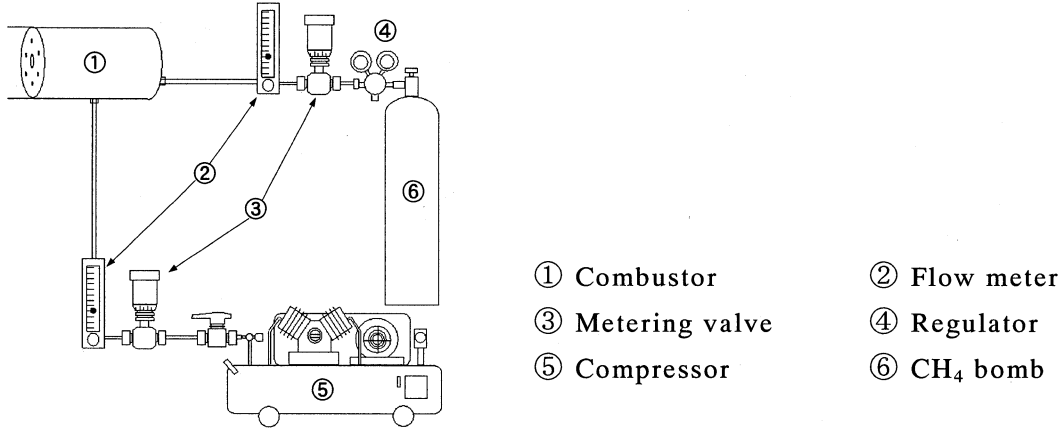


図 2 実験装置

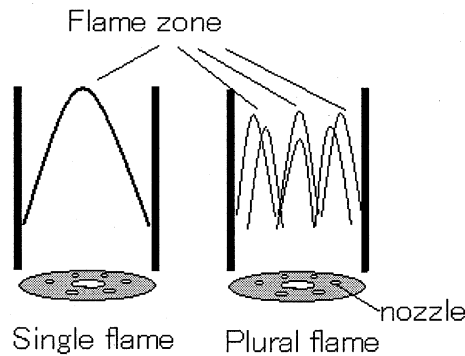


図 3 単数火炎と複数火炎

表 1 燃焼の様子

Combustor Nozzle	$\phi 25$	$\phi 30$	$\phi 40$
$\phi 0.5$	No ignition	Stable flames at stoichiometric Plural flame	Stable flames at rich side Plural flame
$\phi 1.0$	No ignition CH ₄ , over 2L/min	Difficult ignition A single flame	Stable flames at stoichiometric Plural flame

3-2 実験考察と解析による考察

噴流火炎が多数並べて配置されている場合, 各噴流間の干渉が起こり, 中心部の火炎の長さが伸びる。さらに安定性に悪影響が起きる。Eickhoff と Lenze は実験的にノズル直径に対するピッチ (間隔) 比が 18 以上では干渉が認められなくなることを見出した^[3]。今回のモデルでは燃料ノズル $\phi 1.0$ のときこの比が 7.5, $\phi 0.5$ のとき 15 と, 干渉が存在すると考えられる。

4. 燃焼流体についてのシミュレーション

燃焼室直径の違いによる燃焼流体の混合を観察するために、シミュレーションを行った。まず、計算モデルを燃焼室内の流体のみに簡略化したモデルを作成し、要素分けし、境界条件に圧縮空気とメタンガスの燃焼現象が始まる直前で 1500K 付近まで加熱された時と与えて混合の様子をそれぞれ求めた。手順と条件に関しては以下のとおりである。

1. 3D-CAD の PTC 社 Pro/ENGINEER2.0 にてそれぞれの形状でモデルを作成し、IGES ファイルに変換する。
2. メッシュを作成し、モデルを要素化するために MSC 社 Patran 2004 にて IGES ファイルを読み込む。
3. 読み込んだソリッドモデルを 4 面体の要素に分割する。このとき、ソリッドの各辺に 0.5 ミリごとに分割点を与え、オートメッシュ機能を用いてモデルにメッシュを与える。
4. メッシュが与えられたモデルを Patran のニュートラルファイル (*.out) として出力保存する。
5. STAR-CD 内の Pro-star にてファイルを取り込み、全てを流体モデルと定義する。
6. 圧縮空気とメタンの流入口、燃焼室壁、燃焼室出口(大気圧の圧力境界を使用)の境界を定義し、それぞれの物性値を STAR-CD のファイルより読み込み、流速、圧力、温度、重力、壁面の摩擦(今回は摩擦なし)と条件を与える。
7. STAR-CD 内の Star によって与えた条件の計算を行う。
8. Pro-star で計算が完了したファイルを開き、それぞれのモデルを同じ条件で速度分布を表示させ、比較する。

以上の手順により、表 1 の空気流速 30m/s の実験と同じ条件を与えて表示した燃焼室の様子は以下の図で表される。図では XYZ 軸の全ての速度ベクトルを表示した。

実験とシミュレーション結果を比較すると、実験で一番火炎が安定したのが燃焼室径 f 30, 燃料供給ノズル f 0.5 の時であり、シミュレーションではこの時の速度分布の範囲が断面方向に一様で一番安定していた。また、 ϕ 25 以下では流速が局所的に早く、内部での混合が十分に行われていないことがわかった。燃焼室径 f 40, 燃料供給ノズル f 0.5 の時、供給流量が燃料過剰の状態であったのは燃焼室径が大きかったため、火炎の下流部から燃焼室外の外気を巻き込んだことが原因だと考えられる。同様の条件で行ったシミュレーションでも出口付近のベクトルが外気を巻き込むように圧縮空気と燃料ノズル出口方向を向いていた。

5. 燃焼装置の改良と実験結果

これまでの実験の結果、空気流量 3L/min 以上の燃焼を行うための保炎方法には燃料や酸化剤等の変更、微量添加等も考えられるが、装置の取り扱いの問題や構造の大きな変更を余儀なくされるため断念した。そこで燃焼室内の循環流に注目し、火炎の吹き消えを防ぐための燃焼室断面に垂直な方向の循環流をつくるため燃焼室構造を改良した^[3]。火炎には外気を巻き込む(連れ込む)作用が働くため、その微弱な力が狭い流路(図 9 の A 部スリット)を経て整流され、供給流量を多くして流速を大きくした場合の燃焼室内の流れを整

流された外気が取り囲むように構造を変更し，実験を行った．その結果，燃料流量を増やしても空気流量を調節すれば火炎は吹き消えず，実験装置の限界流量まで燃焼することを確認した．

その時の層流拡散燃焼限界と火炎の吹き消え限界は図 10 に示す通り，比例した形で表すことができた．

シミュレーションでは燃料流量 8L/min と同じ境界条件を与えたモデルで燃焼室内流れの軸方向速度の均一性を確認できた．このときスリット部の巻き込み流速は実験結果より算出した．同様に同じモデルで燃料流量 20/min（流速にして 240m/s）の条件を与えた場合についても軸方向速度の均一性を確認できた．さらにモデルの燃焼室直径を $\phi 20$ にした場合についても $\phi 30$ の時の燃料流量 8L/min と同じ境界条件を与えた場合についても軸方向速度の均一性を確認できた．

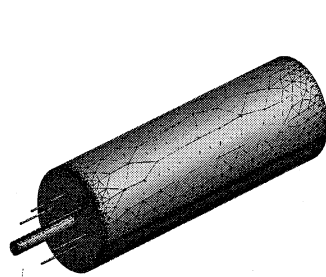


図 4 Patran solid mesh model

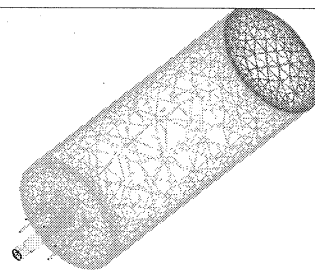


図 5 STAR-CD boundaries

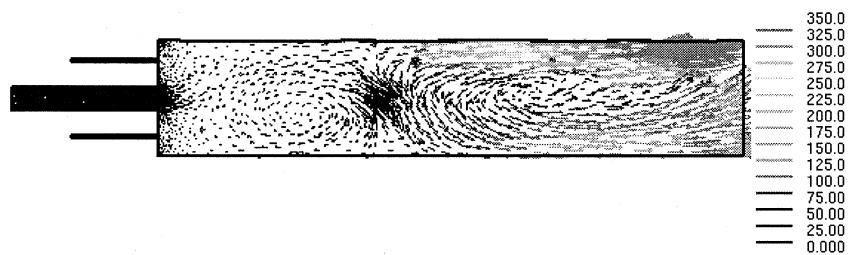


図 6 Speed distribution at fuel nozzle f 0.5, chamber D=20

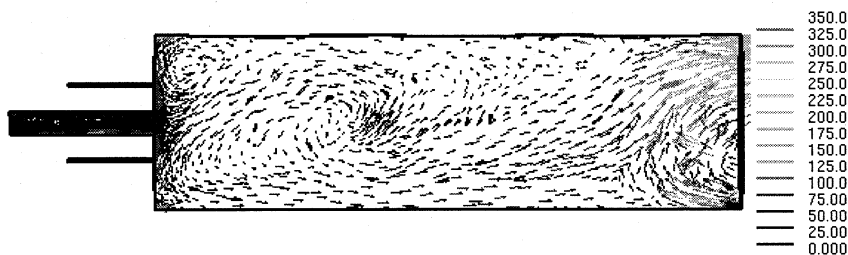


図 7 Speed distribution at fuel nozzle f 0.5, chamber D=30

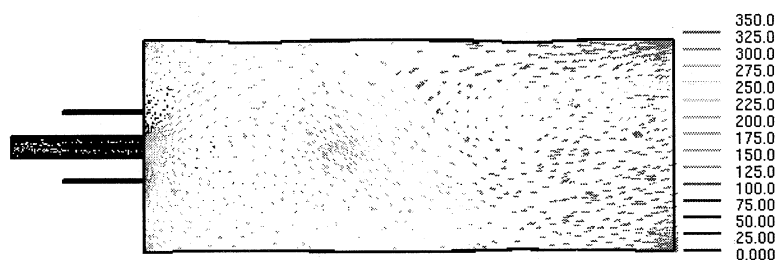


図 8 Speed distribution at fuel nozzle f 0.5, chamber D=40

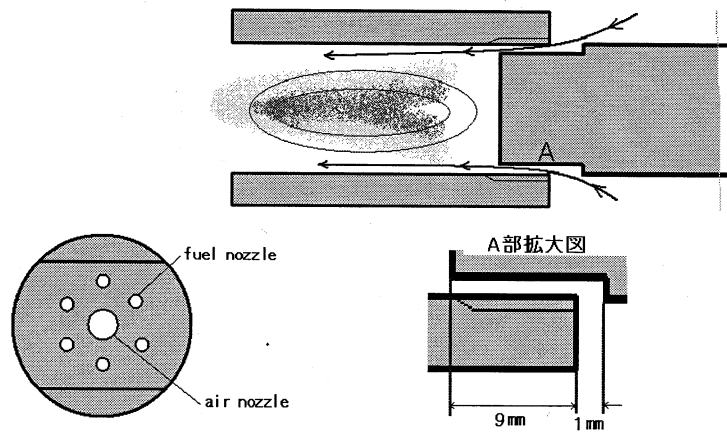


図 9 改良燃焼実験装置

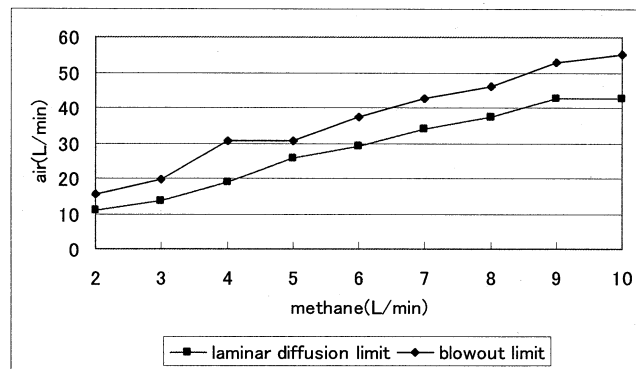


図 10 改良燃焼実験結果

6. まとめ

今回の本研究では今までに見られない中央に酸化剤，周囲に燃料という燃焼室の形状で燃焼が可能であるということ，このノズル配置での消炎作用による最小燃焼室径 $\phi 30$ （燃料ノズル径 $\phi 0.5$ ）を把握した．また，燃焼室内の流れのシミュレーションにより改良箇所を見出し，火炎をより小さく安定させる目的で設置した巻き込み空気流入用のスリットの必要性を実験により確認できた．

〈参考文献〉

1. 福田，是松，坂本，日本機械学会論文集 B 編 46, 411: メタンと水素の複合燃料の消炎距離 2212-2223 (1980).
2. B. Lewis and G. von Elbe, "Combustion, Flames and Explosions of Gases", 3rd edition, Academic Press (1987).
3. ベアー，シガー，飯沼 一男（監），田中 良一（訳）：燃焼の空気力学，日本熱エネルギー協会，pp24-43 (1978).

4. マイクロエネルギーシステム開発に関する研究

4. 3 マイクロポンプ内部流れと性能特性に関する基礎的研究

研究実施者

代表者：佐藤光太郎（グローバルエンジニアリング学部 機械創造工学科 教授）

分担者：富田幸雄（北海道教育大学 教育学部 教授）

分担者：横田和彦（名古屋工業大学 工学部 准教授）

緒言

MEMSの発展の中で、マイクロポンプは様々な分野への応用が期待されている。例えば、携帯型の薬液注入装置、遺伝子搬送用流体制御、 μ TAS (Micro Total Analysis System)と呼ばれる超小型化学分析システムでの流体輸送、ウルトラマイクロガスタービンやマイクロ宇宙推進機の燃料供給、マイクロマシンの動力源などがあげられる。これら広い分野をカバーするためには、現在のポンプがそうである様に、各々の使用環境・条件等に応じた多様なマイクロポンプが必要とされる。そのため、現在は様々なマイクロポンプが考案・提案され、活発な研究開発が行われている。中でも Sen らが提案した円柱を用いた粘性マイクロポンプ（以下、円柱マイクロポンプ）は、脈動なく連続輸送が可能、単純な形で小型化が容易という特徴を持ち、様々な研究が活発に行われている。しかし設計的視点の研究は少なく、流路高さ方向の円柱位置と性能に関する Sharatchandra ら（2次元）と DeCourtye ら（3次元）の研究があるのみである。ところで、ある流路高さに対し円柱をどの程度の大きさにすべきかは、実際の円柱マイクロポンプ設計において重要であると考えられる。しかし、これについて調査した研究は皆無である。

そこで本研究では、円柱マイクロポンプに関し、流路高さ、円柱直径、円柱数、ポンプ幾何形状、圧力性能の関係を調査することを目的とする。ここでは円柱直径を固定し流路高さ、円柱数を変化させて、流路高さと円柱数が圧力性能に与える影響を、実験・数値シミュレーション・理論解析を用いて報告する。なお、本研究が対象とする粘性 μ ポンプでは、想定作動流体が Newton 流体の液体、想定壁面粗さが微細加工における数十 nm 程度で μm スケールに対しては無視可能、想定圧力が数百 kPa で液体の密度・粘度・固体変形は無視可能（即ち、低速度剪断）である。従って（液体潤滑分野の知見から）非圧縮性 NS 方程式と滑り無し条件が使用可能であり、流れを支配するパラメータは Reynolds 数(Re)のみとなる。本研究では、センチメートルスケールのポンプモデルを用いた低 Re 実験、及び NS 方程式と滑り無し条件を用いた数値シミュレーションと理論解析を研究手法として採用した。

実験方法

図1に本研究で用いた実験装置の全体図を示す。装置は上下流のタンク、供試ポンプで構成され、作動流体はグリセリン水溶液である。円柱はモータ（オリエンタルモータ VSD425IAU-GV, 出力 25W, ギア無しで回転数 90~1700rpm, 最小回転数刻み 10rpm, 減

速比 1/5 のギア付きで回転数 18~340rpm, 最小回転数刻み 2rpm, 減速比 1/50 のギア付きで回転数 1.8~34rpm, 最小回転数刻み 0.2rpm) により駆動した. ポンプ上下流の圧力差は微差圧計 (effa 社 LPM5481, 測定可能範囲 0~200Pa, 最小読み取り値 0.5 Pa) により測定した. なお圧力測定孔は円柱から十分離れた (円柱の上下流 100 mm の) 位置に設けた. また下流タンク上部から溢れ出したグリセリン重量を電子天秤 ((株)島津製作所 UX-4200S, 測定可能範囲 0~4.2kg, 最小目盛り 0.1g) で測定し, 重量法により質量流量を算出した. 粘度は, 単一筒形回転粘度計 (リオン株式会社 VT-04E, 測定可能範囲 0~1.3Pa・s, 最小読み取り値 0.01Pa・s) で測定した. 図 2 に本研究の供試ポンプの代表として 5 段円柱ポンプモデルを示す. 本研究では 1~5 段の供試ポンプを用いた. 供試ポンプは, Sakai ら⁽¹⁴⁾の 1 段ポンプモデルの中で最も圧力性能が高い流路高さ $H = 11\text{mm}$, 流路幅 $W = 15\text{mm}$, 円柱-壁間隙間 $h_0^+ = 0.9\text{mm}$, $h_0^- = 0.1\text{mm}$ を基に多段化した. そして円柱配置は食い違い配置, 円柱間隔を $h_0^c = 1.0\text{mm}$ とし, 円柱の回転方向は図に示されている様に交互に反対向きである. なお流れの可視化の為に供試ポンプダクト壁をアクリル製とした. ところで多段化にはいくつかの形態が考えられる. 食い違い配置を採用したのは以下の理由による. Reynolds 方程式から分かる様に, 圧力勾配は動壁と静止壁の隙間高さが小さい程大きく, また隙間高さが小さい区間が多い程, 圧力上昇は大きくなる. 本研究の目的の 1 つは粘性 μ ポンプの高圧化であるから, より高圧が予想される食い違い配置を採用する事にした.

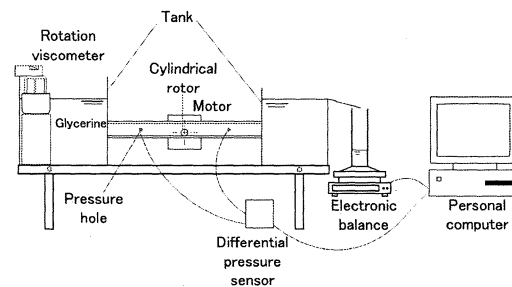


Fig. 1 Schematic of experimental apparatus.

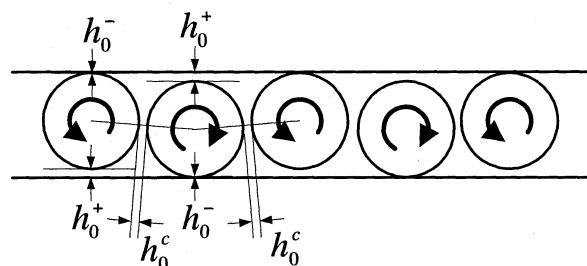


Fig. 2 Five-stage micropump model.

数値シミュレーション

本研究では, 汎用熱流体解析プログラムである STAR-CD ((株)シーディー・アダプコ・ジャパン) を用いて数値シミュレーションを行った. 円柱表面およびダクト内壁にすべり無し条件を適用した. 入口境界では一様流速を与え, 出口境界では圧力ゼロを与えた. また研究対象領域で流れが発達する様に上流計算領域を十分確保した. 円柱近傍の計算格子は, 周方向に 200 点, 半径方向に 30 点, 円柱軸方向に 30 点である. また, その上下流にも格子を配置した. なお, この格子で数値シミュレーション結果に格子依存性がないことを確認した.

結果および考察

図3に、 $Re=0.5$ 、 $H/D=1.12, \sim 2.0$ の場合の、実験および数値シミュレーションで得られた圧力性能を示す。横軸は流量係数 ϕ 、縦軸は圧力係数 ψ である。実験結果と数値シミュレーション結果は良く一致していると言える。また、圧力性能線は右下がりの直線であり、流路高さの増加に伴いゼロ流量圧力・性能線勾配共に減少することが分かる。ところで和田らは、 Re が100より小さい場合、圧力の無次元数として ψRe を用いると（ ψRe 圧力性能と呼ぶことにする） Re の異なる圧力性能を統一的に扱えることを示している。そこで $Re=0.5$ 、 1.0 について、 ψRe 圧力性能により結果を検討する。図4に ψRe 圧力性能を示す。ここで、数値シミュレーション結果では、 $Re=0.5$ 、 1.0 の場合の ψRe 圧力性能は数値誤差程度の違いしかないので、図の凡例に Re を表記していない。図から、 $Re=1.0$ についても実験結果と数値シミュレーション結果は良く一致していると言える。また（ $H/D=1.12$ の実験結果ではややバラツキがあるものの） $Re=0.5$ 、 1.0 の性能線はほぼ1本の直線と見なせる。よって流路高さも変化しても、圧力の無次元数として ψRe を用いると、 Re の異なる圧力性能を統一的に扱えることが示された。ここで、設計的視点で図4を見ると、流路高さが $H/D=1.3$ より小さくなると、ゼロ流量圧力は増加しているが、ポンプとして作動する流量範囲は急激に減少している。よって流路高さの低いものは、低流量・高圧力の使用に適している。一方 $H/D=1.3\sim 2.0$ では H/D の増加に伴い、ポンプとして作動する流量範囲は広がっているものわずかなので、この中ではゼロ流量圧力が大きい $H/D=1.3$ が有利である。図3、図4より、実験結果と数値シミュレーション結果は良く一致しているので、数値シミュレーション結果の信頼性は確認されたものと考え、以降は（結果の見やすさのため）数値シミュレーション結果のみを用いる。ここで再び図10を見ると $H/D=1.3$ と $H/D=1.12$ のゼロ流量圧力・性能線勾配は急激に変化している。したがって、 H/D が1に近づくと、 H/D のわずかな差が ψRe 圧力性能に大きく影響すると思われる。

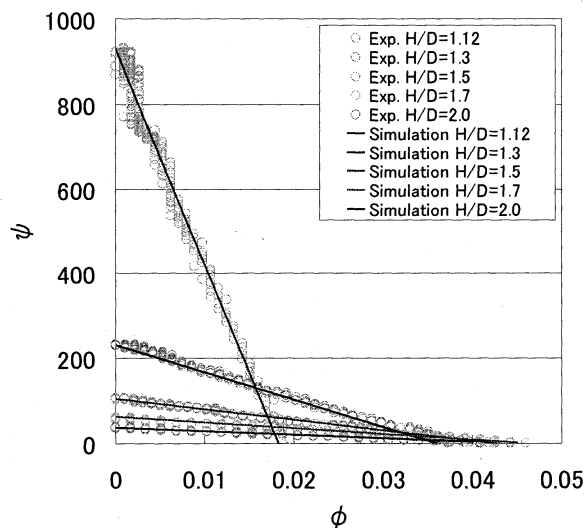


Fig. 3 Pressure performance based on ϕ and ψ for $Re = 0.5$ and $H/D = 1.12\sim 2.0$

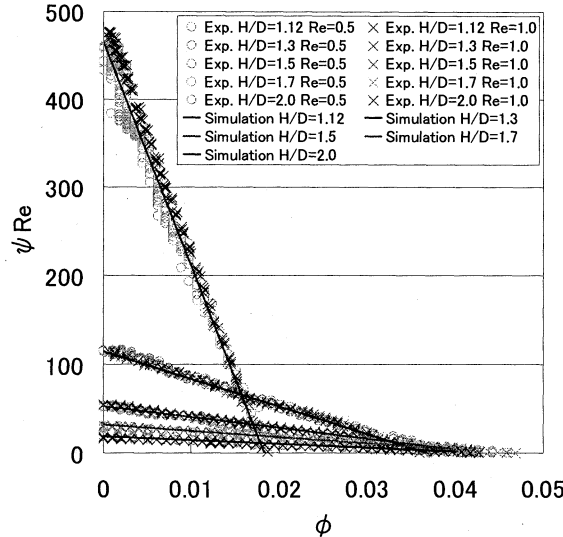


Fig. 4 Pressure performance based on ϕ and ψRe
for $Re = 0.5, 1.0$ and $H/D = 1.12 \sim 2.0$

図5に、数値シミュレーション結果と流路損失を考慮した潤滑理論による解析結果の比較を示す。図5を見ると、潤滑理論の結果は、全ての H/D に関して、 H/D の増加に伴ってゼロ圧力の $\phi\alpha$ が減少していく傾向を捉えており定性的な信頼性は確認されたと考える。また、 H/D により違いは見られるものの、誤差は9~18%程度であるので、定量的にもある程度の精度が期待できる。これらのことから、流路損失を考慮した理論解析は妥当であると言える。なお、9~18%の誤差は、潤滑理論式が円柱近傍の流れについて、(流路損失ではなく)回転近傍流れと側壁の干渉を考慮できていないためと考えられる。図5の結果から、潤滑理論は、流路形状(H, W の値)、円柱大きさ(D)、円柱配置(h_0^-, h_0^+)の様々な値に対して、圧力性能を9~18%の誤差で予測可能である。したがって、設計に際しては、潤滑理論によるこれらの形状に関するパラメトリック計算によって概算設計を行なった後、数値シミュレーションによって詳細設計を行なえば、数値シミュレーションのみで設計を行なうよりも設計時間を大幅に短縮することが可能となる。

今後は、円柱近傍の3次元性を考慮した近似解析手法を考案し、円柱マイクロポンプの圧力性能予測をより高い精度で可能とすることが課題の1つである。

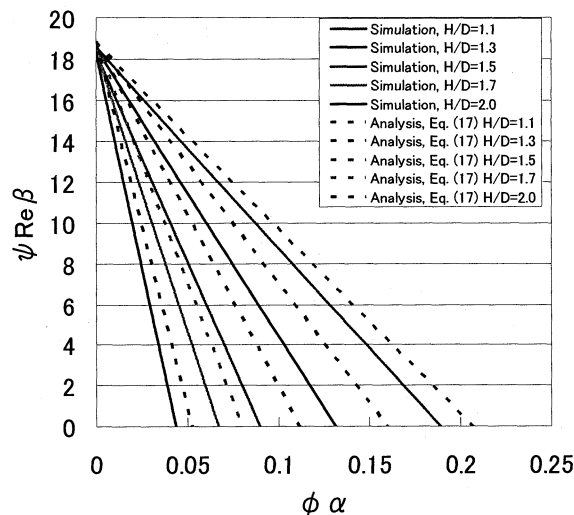


Fig. 5 Pressure performance based on $\phi\alpha$ and $\psi Re\beta$ taking account of duct pressure loss

図 6 に、複数ローターの数近似解析解（式(16)）と数値シミュレーション結果を示す。ここで、実験結果には製作誤差がある事、数値シミュレーションに信頼性が確認された事の 2 点から、実験結果ではなく数値シミュレーション結果と比較している。数値シミュレーションの結果と近似解析解の結果のズレは、ゼロ圧力流量 (x 切片) で最大で 10% 程度であり、非常に良く一致していると言える。従って、本粘性 μ ポンプの設計段階における圧力-流量性能のパラメトリックサーベイに使用可能と考えられる。

ところで、ゼロ圧力流量のズレの原因としては、全ての円柱に対して周期性を仮定した事、及び流れの 3 次元性（すなわち側壁により発生する摩擦損失）を考慮しなかった事が考えられる。近似解析解の更なる精度向上については今後の課題である。

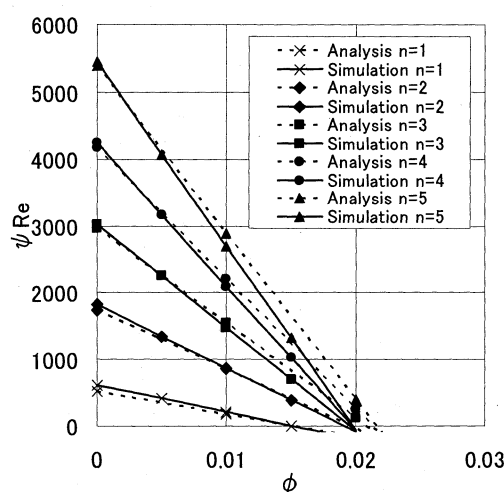


Fig. 6 Comparison of Pressure performance between analytical and numerical results based on ϕ and ψRe for $n=1\sim 5$

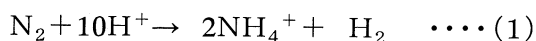
結 論

本研究では、構造が単純で流体変動が小さく連続的に液体輸送ができる円柱を用いた粘性マイクロポンプについて流路高さ並びにポンプ形状の違いによるポンプ性能とフローパターンの変化を調べた。さらに、円柱の多段化によるポンプ性能向上を目標に、食い違い配置の多段ポンプモデルを作成し、その圧力性能を調べた。主な結論として実験結果、数値シミュレーションと流体潤滑に基づいた近似解析解結果は良好に一致していることから、潤滑理論は本ポンプの圧力性能を定量的に予測可能であり、ポンプ設計に使用出来ることを示した。

4.4 地球上の余剰バイオマスをエネルギーとする微生物による水素ガス生産

志澤泰彦¹(SMBC 客員研究員、日本大学短期大学部講師),小野寺一清²(SMBC 客員研究員、CPD センター客員教授)

水素ガスが理想的なエネルギーであることは明らかであるが、水素ガスを極力エネルギーを使わないでどのように作ればよいか最大の問題である。われわれは微生物の機能を利用して水素ガスを作ることを目的として研究を始めた。いろいろの微生物が水を分解して水素ガスを発生させることができるが、究極的には二つの酵素、ヒドロゲナーゼかニトロゲナーゼによる反応を利用する。われわれは次の反応(1)を触媒するニトロゲナーゼによる反応を利用することを選択した。



このとき H^+ は水のプロトンであることは、水として H_2O のかわりに D_2O を用いて証明されている。すなわち微生物はバイオマスのエネルギーを利用して、自分が生育するときに作ったエネルギー(ATP)によって水を分解して水素ガスを作る。我々はニトロゲナーゼの反応に注目した。ニトロゲナーゼをもつ微生物を窒素固定菌という。この菌は無窒素培地の中でも生育することが出来るので、微生物を土壌からスクリーニングするのに大変都合がよい菌であるといえる。

われわれは次の2つのレベルでこの問題に取り組んできた。

- [I] 生きている微生物を用いて余剰のバイオマス(乳牛の糞尿等)を利用して、水素ガスを生産する水素ガス発酵系の構築。
- [II] 微生物のニトロゲナーゼのもつ機能を取り出してバイオリクターを作成し、水を分解して水素を生産する系の構築。

[I]好氣的窒素固定菌による水素ガス生産

本研究では、ニトロゲナーゼを保持する好気性窒素固定菌を選択することで、生物による水素生産の可能性を示すことを目的とした。

【スクリーニング】

日本各地の土壌より、窒素源を入れない培地上に好氣的条件下で成育する菌をスクリーニングした。

このとき、水素発生量と窒素固定量の比を測定することで優れた水素生産菌を選択できると考えた。ニトロゲナーゼの活性測定には、アセチレン還元反応によるエチレンの生成を指標とした。図1に示したように、多くの水素ガス産生能のある菌のうち、YTK-1と命名した菌は、他のものに比べてアセチレン還元活性に対する水素産生比は非常に大きかった。この菌を窒素源飢餓状態で培養したときの水素ガス産生能を比較すると、図2のようになった。他の一般的な嫌気性の窒素固定菌に比べて約16000倍の水素ガス産生能があることになる。

水素生産菌として有望であるこの菌について、16S-rDNAの塩基配列を決定したところ、枯草菌(*Bacillus*)の一種であることが判明した。

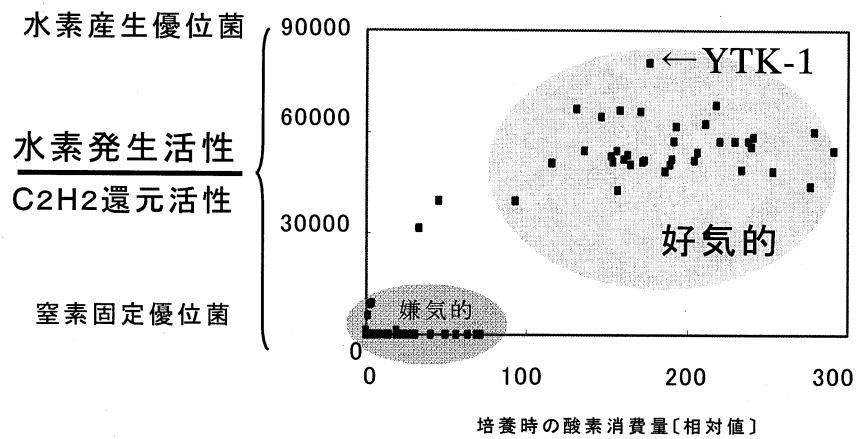


図1 土壌より単離した菌の水素産生能の比較

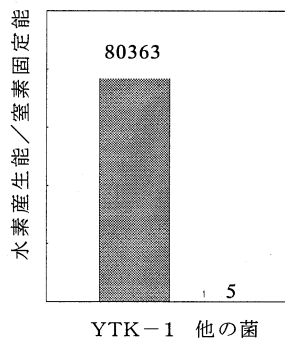


図2 YTK-1と他の窒素固定菌との水素産生能の比較

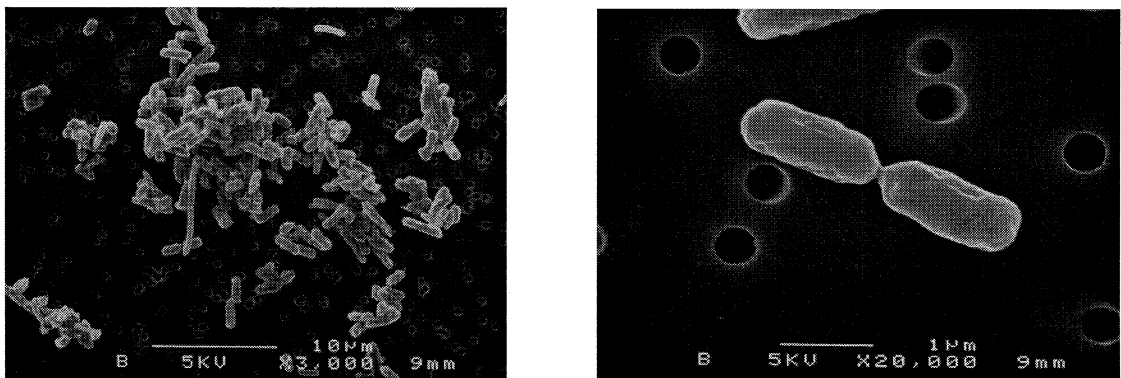


図3 YTK-1の電子顕微鏡写真

電子顕微鏡による菌体の観察(図3)から、細胞1つあたり縦 $1.5 \mu\text{m}$ 、横 $0.8 \mu\text{m}$ の桿菌であった。

【実用研究のための基礎研究】

環境に負荷を与えているのみならず、現在すでに処理するためにコストのかかる乳牛の糞尿から、YTK-1を使い糞尿を処理する過程で水素を生産するため、山形県農業総合研究センター(新庄)の畜産部に1トンの培養槽を建設して実用的な研究をする用意をしている。ここではこれまでに家畜の糞尿から肥料を作る設備をもっており、日常的に作業を行っている(図4)。この施設に1トンタンクを設置し、我々の水素ガス生産菌を使い実用化研究を開始する予定である。1トンタンクの概

要は次のとおりである。

1トン主培養装置、80リットル種菌培養装置、1トン培地調整装置からなるもので、見積もりでは34,000,000円である。この装置を用いてデータをもとに更にスケールアップするために必要なデータを得ることが出来るであろう。

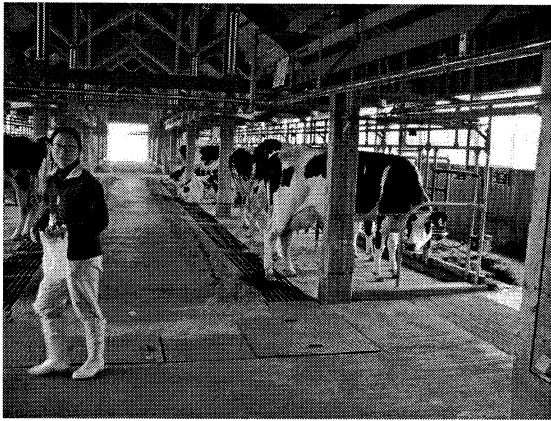


図4 山形県農業総合研究センターの様子

この微生物については特許を申請した。

【識別番号】305058298

【氏名又は名称】小野寺 一清

【出願日】平成18年4月25日(2006. 4. 25)

【代理人】

【公開番号】特開2007-159560(P2007-159560A)

【公開日】平成19年6月28日(2007. 6. 28)

【出願番号】特願2006-120067(P2006-120067)

【学会発表】

日本生物工学会、3F13-4,(2005)

口頭発表 好氣的窒素固定菌による水素ガス生産 八藤由之、平野盛雄、小野寺一清

〔Ⅱ〕*Streptomyces thermoautotrophicus* のニトロゲナーゼの利用

一般にバイオマスといえば、炭酸ガスが植物により固定されて有機物になったものをいうが、考えてみると一酸化炭素を利用できる生物がいればこれも広くバイオマスといえる。これから述べる微生物はそのような大変珍しい生物である。

Streptomyces thermoautotrophicus はC1化合物を利用する微生物の研究の過程で発見された。普通にC1化合物の利用というと、CO₂、CH₄、HCOOHなどを利用する微生物が思い浮かぶが、ドイツのBayreuth大学のO.MeyerらのグループはC1化合物としてCOを選び微生物を土壌から探索してみた。その結果COをC源として生育する一群の微生物を見つけてそれらの研究を続けている。それらはcarboxydophilicとして分類される。これらは一酸化炭素脱水素酵素(carbonmonoxide dehydrogenase, CODH or COX)をもっているのが特徴である。O.Meyerのグループはこの酵素の

構造と機能を重点的に研究している(図5)¹⁾。CODH(COX)は今のところ生化学の教科書に記載されていない新しい酵素である。

もし彼らの集めた微生物の中に好気的な条件で窒素固定をするものが存在すれば、その菌のニトロゲナーゼは、これまでの窒素固定菌のニトロゲナーゼとは大変異なる性質を持つことが期待される。なぜならば CO は呼吸の阻害剤であるとともに、ニトロゲナーゼの阻害剤であるからである。

われわれはこのような観点から彼らの研究に興味をもち、Bayreuth 大学を訪問した。

幸いにして彼らの収集した微生物の中で上記の *Streptomyces thermoautotrophicus* UBT1 だけがこのような条件を満たしていた。彼らの興味はあくまで CODH(COX)であり、ニトロゲナーゼではない。

そこで我々はこの菌のニトロゲナーゼについて共同で研究を行い、このような大変珍しい酵素の性質を明らかにしたいと考えた。

この放線菌についてこれまで分かっていることを述べる。

- 1) 廃坑となっている場所にある burning charcoal pile(燃える柴)から分離された。生育のための至適温度は 65°C である。
- 2) CO を唯一の C 源として生育し、今まで調べた限りいずれの有機物も利用することは出来ない。
- 3) 酸素を必要とする好気性のグラム陽性の放線菌である。ニトロゲナーゼは絶対嫌気性菌である *Clostridium* にも存在するので、かなり古い時代から存在していたと思われるが、この菌は好気性であるところも面白いことである。すなわちこの菌は進化して酸素を必要とするようになったが、有機物を利用できないのは代謝に必要な酵素を持たないためか、持っていたが今は活性がないのかは明らかではない。
- 4) 一般の窒素固定菌ではアンモニアの存在下でニトロゲナーゼの遺伝子発現は抑制されるが、この菌では抑制されない。
- 5) 微量の無機物と CO と空気とで生育する。また炭酸ガスと水素と空気でも生育することができる。前者では分裂時間は8時間で後者では6時間である。従ってこの菌を水素ガス生産菌として利用することはできず、このためにはニトロゲナーゼを分離精製しバイオリクターを構築することが望まれる。
- 6) 放線菌であることは顕微鏡観察や生化学的方法で決められて、栄養菌糸 (vegetative mycelium), 基菌糸 (substrate mycelium), 孢子 (spore) をつくる sporogenous hyphae などが観察される。原核細胞である従って内部構造はないとされている。しかしこれまでに述べたような性質から何らかの内部構造が存在することが期待される。(図6)

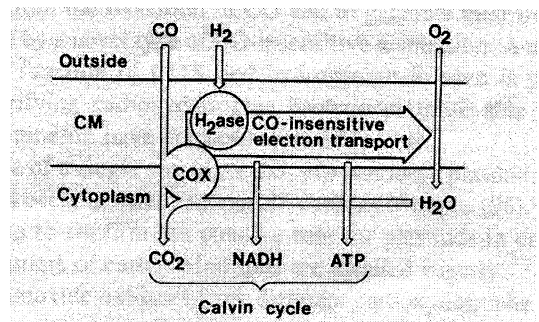


図5 この放線菌が CO を C 源として成育できる理由

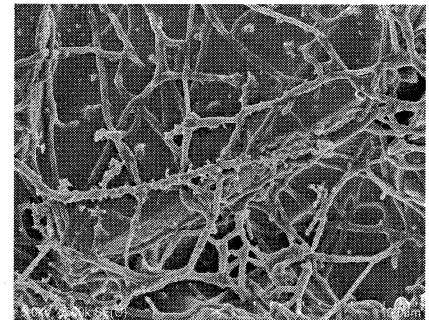


図6 *Streptomyces thermoautotrophicus* の SEM 画像

【予備実験】

最初の第一歩として、放線菌の菌体の無細胞抽出液から得られたニトロゲナーゼを用いて、水素ガスを発生させることが可能かどうかを調べた。その結果、図7に記すような条件で、水素ガスの発生

が見られる(図7)。もちろん、この条件は必ずしも水素ガス生産に最適条件とは言えず、今後の研究を待ちたい。

このこと自体も驚くべきであるが、反応バイアルに移すまでのすべての操作を空気中で行った結果であるから、この微生物のニトロゲナーゼは酸素に対して、耐性があることを示している。このことによってバイオリクター作成のための第一の関門は克服されたと考えてよい。

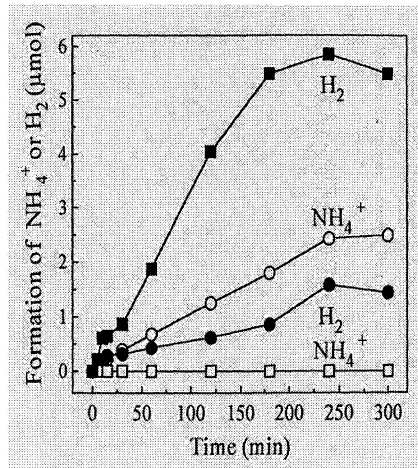


図 7 嫌気条件での水素発生

□ ■ : 反応バイアル気相 ヘリウム

○ ● : 反応バイアル気相 窒素

さらに精製を進めるため、その溶液のショ糖密度勾配による細胞抽出液の遠心分離を行った。そのときの分画のパターンと各バンドの電気泳動パターンを図8に示した。

さて、この *S.thermoautotrophicus* のニトロゲナーゼの著しい特徴を述べる。

- (1) 酸素の存在に対してきわめて耐性があり、すべての操作を普通の実験室で行うことができる。
- (2) 65°Cでも安定である。
- (3) アセチレンを還元することは出来ず、すべての還元力はプロトンか窒素を還元するために使われる。従って反応槽を不活性ガス雰囲気にするれば水素だけが発生する。
- (4) 水素を発生するためのエネルギー(ATP)はきわめて少量でよい。

以上のような性質はこの微生物のニトロゲナーゼを用いて、常温で作動するバイオリクターを作成することが可能であることを示唆している。その後の研究によって次のことが明らかになった。

- 1) この微生物のニトロゲナーゼは2個のタンパク質、Str1とStr2から構成されている(図9)。
- 2) Str2蛋白質は、superoxide dismutase(SOD)活性を有していて、CODHによって発生した活性酸素種であるスーパーオキシドイオン(O₂⁻)から電子を補足する活性がある。
- 3) St1とStr2との混合比が水素を還元するか、窒素を還元するかを決める重要な要素になっている。

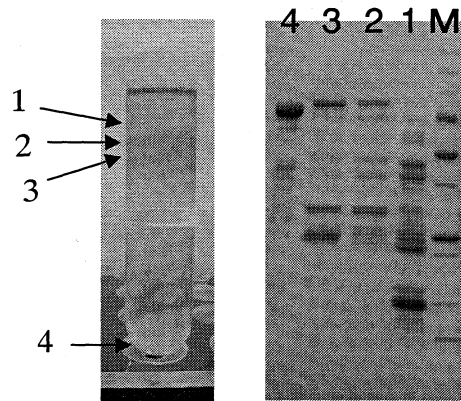


図8 ショ糖密度勾配遠心による細胞抽出液の分画後の様子
と SDS-PAGE

Lane 1 ~4はそれぞれ左の遠心管のバンドの位置に対応する
3の位置がニトロゲナーゼと考えられる

Mは分子量マーカー (250,150,100,50,37,25,15,10kDa)

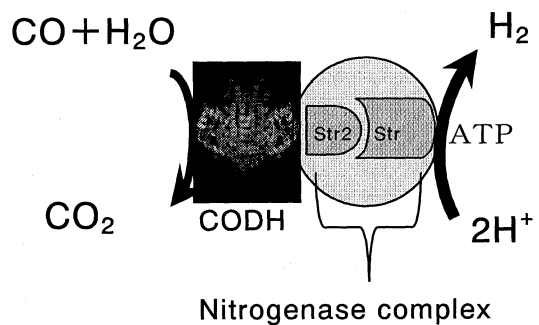


図9 *Streptomyces thermoautotrophicus* の
ニトロゲナーゼ複合体の模式図

4) 従って、水素ガス生産のためのバイリアクターを作製するには、この2種のタンパク質をいかにして、少ないプロセスで活性を維持した状態で調製するかが重要である。

そこで、まず Str2 タンパク質の精製を行った。結果を以下に示す。

【SOD活性を有する Str2 タンパク質の精製】

S. thermoautotrophicus の細胞抽出液をショ糖密度勾配遠心した後に得られたニトロゲナーゼ活性画分を10mM $\text{KH}_2\text{PO}_4\text{-NaOH}$ pH7.3 緩衝液に対して透析した。これを、分取型等電点電気泳動にかけた。等電点キャリアーとして ampholine pH3.0-10 を用いた。さらにSOD活性のある画分に対して再度等電点電気泳動を行い、精製されたSODを Native-PAGE によって解析した。その結果を図11に示した。この結果から Str2 の等電点はpI=4.6であった。分子量は、約 48kDaであり、SDS-PAGE では、約 24kDa の位置に単独のバンドが得られた (data not shown) ことから Str2 はホモ2量体であることが分かる。SOD活性測定は、(株)同仁化学研究所のSOD Assay Kit WST を用いた。その測定原理を図10に示した。キサンチンをキサンチンオキシダーゼ(XO)で酸化する際、奪われた電子は分子状酸素に与えられ、スーパーオキシドラジカルを生じる。これとすぐさまWST-1と呼ばれる電子受容物質が電子を受け取り、黄色に発色する化合物が生じる(450nmの可視光線を吸収する)。反応系にSODが存在するとXOによって生じたスーパーオキシドラジカルは電子をSODに奪われてしまうため、WST-1の還元がうまく行かなくなり、黄色の発色は起きないことになる。SOD活性は、SODが存在しない場合に黄色く発色する度合いを100%にして、50%の発色阻害を起こすSOD活性を 1unit として評価することにした。その結果、今回の実験で得られた Str2 蛋白質には約 3000units/mg protein の比活性があることが分かった。細胞抽出から比較的少ないステップで Str2 精製標品を得ることが可能となり、活性も高い状態が維持されていたことは今後のバイリアクター構築にプラスになる結果であると考えている。

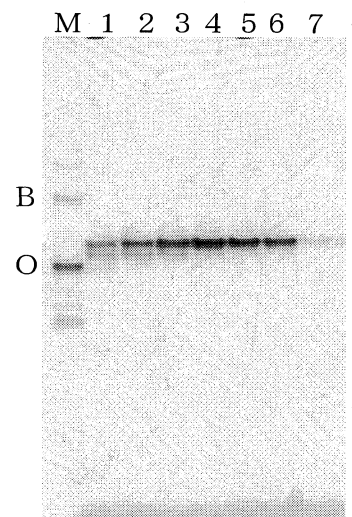


図 11 Str2 の Native-PAGE
Lane1 (pH4.2) ~ Lane7 (pH4.8)
Mは分子量マーカーOvoalbumin (O); 45kDa
BSA (B); 66kDa
Lane4~6 にかけて単一のバンドにまで精製されていることが分かる。

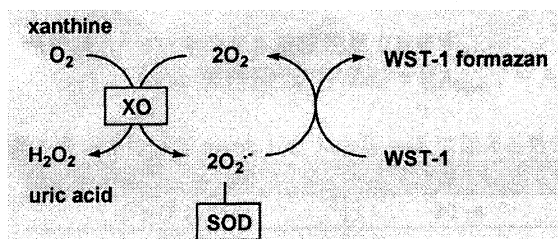


図10 SOD活性測定の原理

【今後の展開】

1. Str1 タンパク質 (ニトロゲナーゼ) の簡易精製法の確立
 2. Str1 と Str2 との混合比変化による水素ガス発生量の制御
 3. Str1 と Str2 の担体へ固定化
 4. 電子供与体の最適化
- などが考えられる。

【参考文献】1. Ortwin Meyer and Hans G. Shlegel

Biology of aerobic carbon monoxide-oxidizing bacteria
Ann.Rev.Microbiology,(1983),37;277-310

V マイクロ環境下フルイディクデバイスの開発研究

マイクロ環境下フルイディックデバイスの開発研究

機械システム工学科	廣木富士男
神奈川工科大学	山本圭治郎
総合研究所	杉井 康彦
機械システム工学科	湯本 敦史

1. 緒 言

材料科学やバイオ化学の発達に伴い、主に医薬品製造プロセスなどの分野で複数の液体試薬の混合・分離およびそれに伴う流量制御技術や、2種類あるいはそれ以上の種類の粉体を精密かつ均質に混合する技術の重要性が増し、高性能フルイディックデバイスへの期待が高まっている。従来の流体混合器や流量制御バルブなどのフルイディックデバイスは、外部からの電気エネルギーを必要とし機械的可動部を有するものがほとんどであった。しかし、現在注目されている μ -TAS (Micro Total Analysis System) などでは、異種流体の混合を微小環境下でおこなうことが要求され、マイクロ流体要素によるデバイスの微小化が必須技術とされている。また、粉体混合技術においても取り扱う粉体の微粒化や混合の高速化に伴い、機械的可動部を有せず構造が簡潔な流体要素からなるフルイディックデバイスの開発が求められている。

本プロジェクトは、外部からのエネルギー供給を必要とせず機械的な可動部の無い流体要素のみで動作する流体バルブ、ミキサー、液液2相流による光導路波を用いた高感度検出器、生体血管内のマイクロフルイディック環境を再現する *in vivo* システムなどマイクロ環境下での使用を念頭に置いたフルイディックデバイスの開発を目的としている。

具体的には、

(1) μ -TAS などマイクロリアクターとしての応用を念頭にした微量の異種流体の精密な混合が可能であり、また、2流体の流量の混合比を制御するバルブ機能としても活用可能なマイクロフルイディックデバイスの開発

(2)二つの高速固気混相流中に含まれるナノサイズの微粉末(ナノ粒子)の均質な混合を目的とした混合器の開発

(3)屈折率の異なる複数の溶液の界面における全反射現象を用いて光を閉じ込める液液光導波路分光法によってマイクロスケールの濃度分布を計測するマイクロ LIF (Laser Induced Fluorescence) 法を開発し、界面の状態や吸着物質の高感度分析を可能とする新しいデバイスを提案

(4) *in vivo* の実験により、流体によるせん断応力と NO 産生量などに相関があることが調べられているが、そのメカニズムは不明な点が多い。一方、内径が 200 μ m 程度の血管を模擬した *in vitro* 実験システムを目指して、マイクロチップ内で血管内皮細胞を培養した疑似血管マイクロデバイスが提案されており、培養液を還流させるため、接着力を高める必要があるなど、ディッシュでの培養より多くの困難がある。また、動物実験などによって、微小循環内の血流の速度分布の計測が行われている。

本報告では、マイクロチップ内で血管内皮細胞を培養する技術を確立し、疑似血管マイ

クロデバイスを開発につて述べる。

の以上 4 点の開発を進めている。

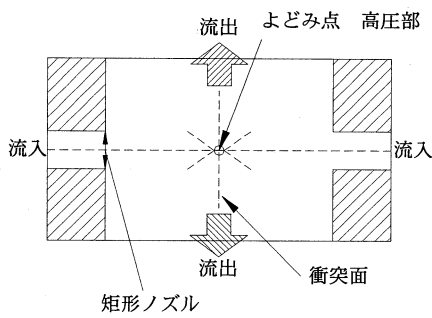
本報告では、先に特許出願した同軸対向噴流の自励振動現象を用いたナノ粒子の混合器¹⁾(同軸対向噴流自励振動型フルイディックミキサー；以下ミキサーと略す)を紹介、本ミキサーの活用用途の一つである超音速フリージェット PVD²⁾に組み入れた研究成果に関して報告する。

2. 同軸対向噴流の自励振動を利用したフルイディックミキサー^{1,3-5)}

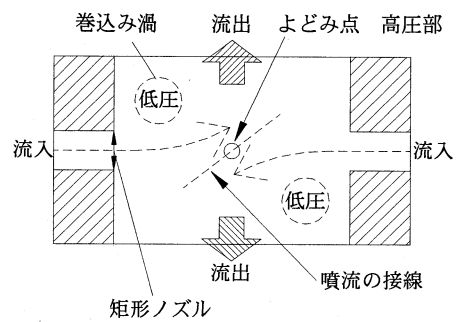
発振現象とは対向する噴流同士が交互にすれ違いに振れ、このすれ違いが持続する現象を言う⁴⁾。山本らの報告⁶⁾によると、対向した流入口形状が円筒の 3 次元軸対向対称噴流対向衝突現象の場合、噴流の衝突面は外乱を与え衝突面を回転させても必ず復元し常に安定な現象を示す。しかし、対向した流入口形状が矩形の対向衝突噴流の場合は、さらに 2 種類の現象が加わる。1 つは衝突面が常にゆらぎ、微小な回転を繰り返す不安定な現象である。もう 1 つは衝突面が消滅、すなわち、噴流のすれ違いが生じ、これを交互に繰り返す持続現象である。前者の現象には周期性がなく、これを不安定現象と呼び、後者の現象には周期性が見られ、これを発振現象と言う。本研究プロジェクトでは、矩形流入口より流入する対向した二つの噴流の衝突による発振現象(噴流の自励振動)に着目し、この現象をフルイディックミキサーに活用することで機械的可動部の無いコンパクトなデバイスの開発をおこなった。

図 1 に発振現象の模式図を示す。左右の流路から導入される二つの噴流は矩形流入口(図中で矩形ノズルと表記)を経て、ミキサー中央部で衝突し衝突面を形成する(図 1(a)参照)。衝突部は噴流の互いの速度を打ち消し合い、よどみ部となるため高圧部となる。ここで、流入口が矩形形状であるため、噴流は半 2 次元になる。そのため衝突面は非常に不安定な状態になる。そして、(b)のように何らかの外乱やみだれにより、それまで不安定な噴流の衝突面は回転を始め、衝突面は消滅して対向噴流は互いにすれ違う。交互にすれ違った噴流の背面は接触し、この接触部は流速を打ち消し合いよどみ部となり高圧部となる。一方、左右それぞれの噴流は図の上下方向に偏向され、左噴流は上方付近、右噴流は下方付近に噴流の巻き込み渦が発生する。この巻き込み渦は中央部のよどみ部から相対的にみると低圧となるため、よどみ部の高圧部と巻き込み渦部の低圧部の高低差により、さらに噴流の偏向は強まり 2 噴流はそれぞれ流出路方面に離れ行く。噴流が最大に偏向した状態に達したとき、(c)で示すように偏向した 2 つの噴流より干渉が起こり、中央に渦が形成される。この渦は 2 方向からの噴流速より形成されるため、流れ場を相対的に見たとき噴流側と比べ低圧部となる。実際にこの時点で中央部は最低圧となる。先ほどまで十分大きく偏向した噴流は、対向した噴流の影響が無くなり、中央部の低圧部の影響によって噴流は中央へ戻って行く。噴流が再び衝突に向かい衝突面が垂直となり、そのまま行き過ぎ、回転を続ける(図 1(d)参照)。その後、噴流は再び衝突に向かい、衝突を始めると中央部の低圧渦は消滅し静圧は上昇する。噴流が衝突し静圧が正となることで、ミキサー流入口両側の静圧勾配は逆転を始め、噴流の初期偏向の向きがこれまでと逆となる。このため、高圧部によって初期偏向をさらに助長する。そして、これまでとは逆方向のすれ違いが生じる。以下、

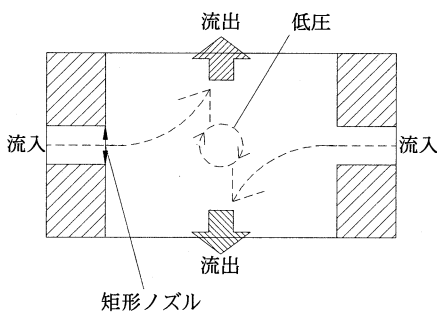
(a)～(d)が繰り返されることにより、発振現象が持続する。



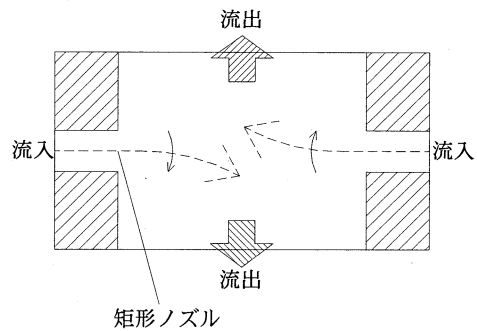
(a) 衝突面が回転し始める状態



(b) 噴流がすれ違いさらに偏向し続ける状態



(c) 噴流が最大に偏向した状態



(d) 圧力勾配が逆になり (b) に対称な状態

図 1 発振現象模式図

先に述べた通り、発振現象の発生主因は噴流の流入口形状が矩形であることが起因した噴流速度分布の2次元性にある。従って、本ミキサーは、2次元噴流を作り出すための矩形流入口を有する混合器と円形噴流供給流路（搬送管）とを接続するチャンバ構造を採用し、矩形流入口を有した円筒型のミキサーとした。なお、矩形流入口から噴出される噴流を左右2方向に限定することで発振現象がより確実に発生するという山本らの報告⁶⁾をもとに、対向する矩形流入口上下に拘束板を設置した。本ミキサーの概要図を図2(a)に、混合システムの概要図を図2(b)に示す。

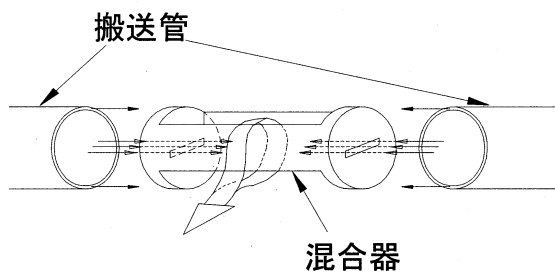


図 2(a) ミキサー概要図

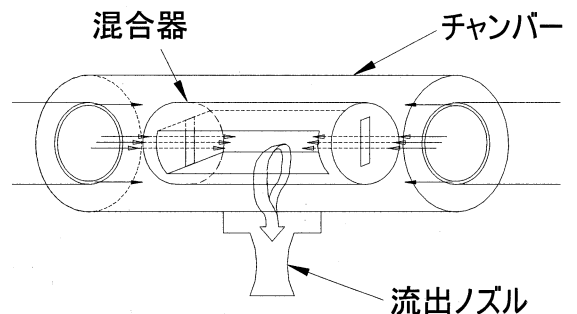


図 2(b) ミキシングシステム概要図

3. 超音速フリージェット PVD^{2,7-10)}

本法は、不活性ガス雰囲気中で皮膜となる原料を加熱蒸発させることにより生成される nm サイズ粒子（ナノ粒子）を超音速のガス流により加速，基板上にナノ粒子を堆積させることにより皮膜形成させる新しいコーティング技術である。本法は，ナノ粒子の生成から成膜までを全て同一空間内でおこなう完全ドライプロセスである。図 3 に超音速フリージェット PVD 装置の概略図を示す。本装置は二つのナノ粒子生成室と一つの膜形成室，合計三つのチェンバ，および排気システムで構成されている。各ナノ粒子生成室は膜形成室と搬送管によって連結されている。あらかじめ全てのチェンバを真空排気し，その後チェンバ内に不活性ガスを導入する。不活性ガス雰囲気に置換させたナノ粒子生成室内では，膜素材となる材料の加熱による蒸発およびそれに伴いナノ粒子の生成がおこなわれる。生成室 1（図 3 右下のチェンバ）は抵抗加熱方式，生成室 2（左のチェンバ）はアーク加熱方式が採用している。抵抗加熱方式は加熱量の制御性に優れ，アーク加熱方式は高融点の素材を蒸発させることが可能である。

各々の生成室で生成させたナノ粒子は，生成室と膜形成室（右上のチェンバ）の圧力差により発生するガスの流れにより搬送管を通じ膜形成室内に搬送される。搬送管の先端にはガスの流れをマッハ数 3.6 の超音速に加速するノズルが接続されており，ナノ粒子は高速に加速されたガスの流れによって基板上に堆積され，基板を固定している X-Y ステージの移動により，任意のパターンに皮膜を形成する。超音速ノズルによって加速されたガス流はノズル内の急激な断熱膨張によりガス温度が低下，ガス流速の低下を招く。そのため，本装置ではノズル外周にヒータが設けられており，ノズル内のガスを間接加熱することでガス温度を制御している。本装置の制御パラメータは，蒸発源の加熱電力量，ガス流量，ノズル加熱電力量および基板温度である。

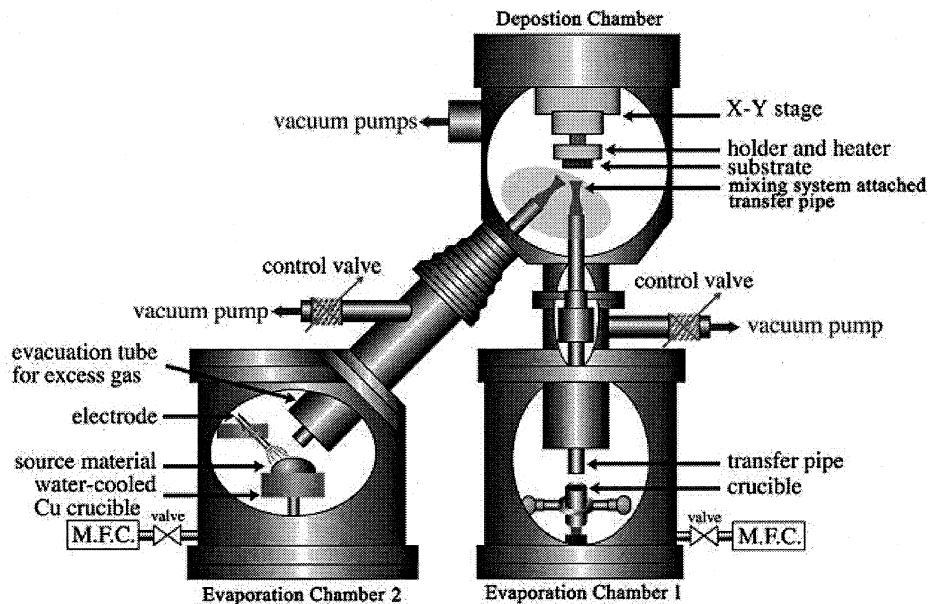


図 3 超音速フリージェット PVD 装置概要図

4. 実験方法

基板は 20mm 角，板厚 1mm の Ti 基板（JIS-1 種純チタン），Al 基板（A1050）を使用し，皮膜原料は純 Al，純 Ti および純 Si を使用した。基板の前処理はアセトン中で 1 分間超音波洗浄のみおこなった。原料の Al はグラファイト坩堝に入れ生成室 1 に設置し，Ta

ヒータによって加熱した。また、Ti もしくは Si は水冷銅ハース上に設置，W 電極によるアーク加熱により蒸発させた。皮膜の組成制御は，生成室内の皮膜原料を加熱する電力量のみを制御することにより試みた。開発したミキサーは，図 4(a)に示すように，二つの生成室からの搬送管の接続部に設置し，ミキサーの流出口に超音速ノズルを接続した。また，ミキサーの効果を比較検討するため，図 4(b)に示すように，ミキサーを使用せず，覚醒性質からの搬送管にそれぞれ超音速ノズルを接続し，基板上でナノ粒子の混合を試みる実験もおこなった。なお，他の成膜条件は，既報 7・10)と同様とした。形成させた皮膜は断面切断後，機械研磨し，SEM 観察および皮膜組成を分析した。

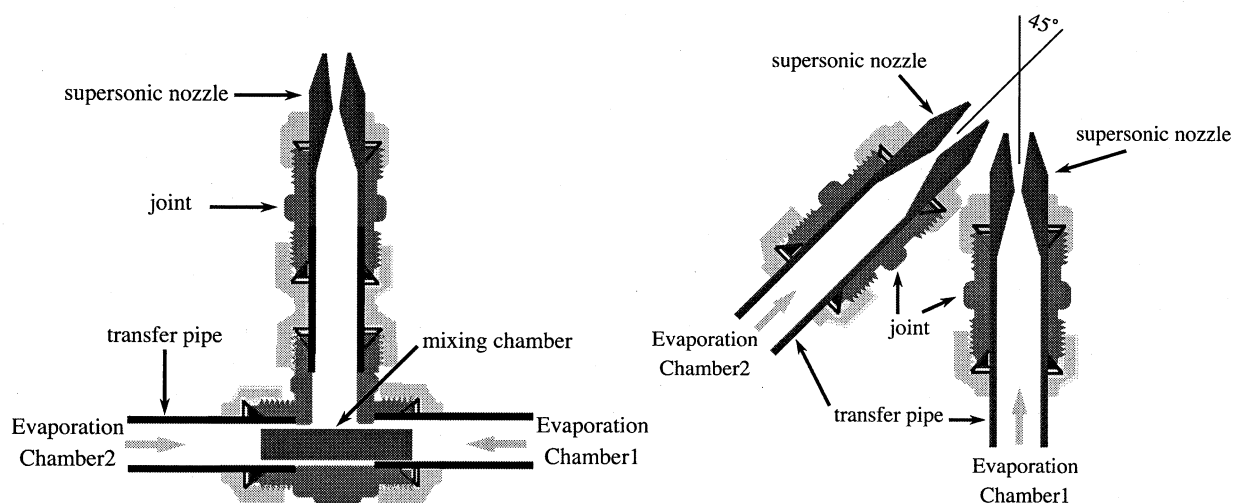


図 4(a)ミキサーを設置した搬送管-ノズル構成 図 4(b)ミキサー無し搬送管-ノズル構成

5. 結果・考察

図 5 および図 6 は、Ti 基板上に Ti と Al のナノ粒子が 1 : 1 の割合の混合比になるような同一条件の下、ミキサーを使用しない場合と使用した場合で成膜させた各々の実験結果である。図は成膜後に切断した皮膜断面を SEM により観察した結果(図 5(a)および図 6(b)), 各皮膜の皮膜構成元素である Ti および Al の EDS マップを図(b)および図(c)に示している。図 5 のミキサーを使用しない場合, 図 5(a)の SEM 像において膜断面中に明瞭なコントラスト差が確認でき, 図 5(b), (c)の EDS 結果からこのコントラスト差は Ti と Al が混合されずに膜中で Ti 層, Al 層と分離した状態で成膜していることが判る。一方, 開発したミキサーを使用して成膜させた図 6 の結果は, 図 6(a)の SEM 像において図 5(a)とは違い, 膜断面中に明確なコントラスト差は確認されず, 図 6(b), (c)からも Ti と Al が均一に混合されていることが明らかとなった。また, 図 6 で示した膜を XRD により膜中の構成相を同定したところ, 皮膜は金属間化合物 γ -TiAl が生成されていることが明らかとなった⁹⁾。図 6 の結果は, 超音速フリージェット PVD に本プロジェクトで開発したミキサーを組み入れることにより, Ti と Al のナノ粒子を均一に混合させることが可能となったこと, その結果, Ti 基板上に約 320 μm の膜厚の緻密な TiAl 膜が形成できることを明らかにした。

また, 本ミキサーを使用し, 相互に固溶度の無い Al および Si の混合, 成膜させた Al-Si 膜を形成させた。図 7 は, 形成させた皮膜断面の SEM 写真である。この結果から, 皮膜中にき裂やポイドなどの欠陥は確認されず緻密な皮膜が形成されていること, また界面にも欠陥が無く基板・皮膜間界面において明瞭なコントラストの差も無いため良好な界面性状であると判断された。さらに皮膜中に肥大した Si 粒は確認されず TEM 観察の結果, Al マトリックス中に 10~20nm の Si 粒が分散されていることも確認された¹⁰⁾。

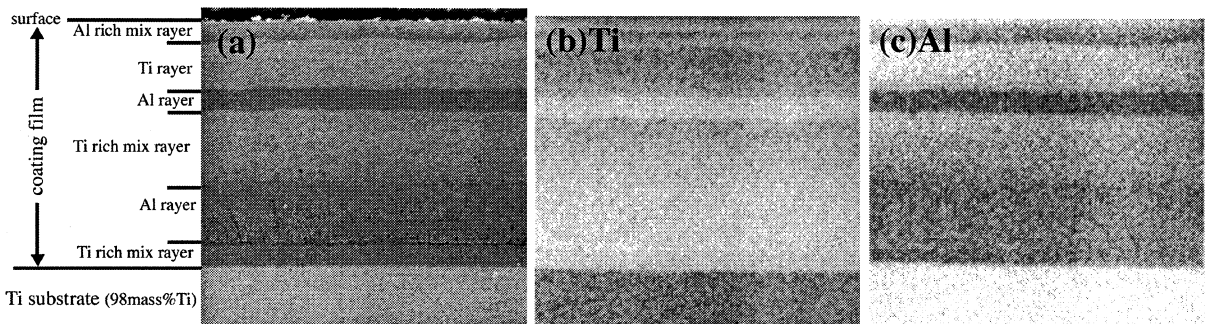


図 5 ミキサーを使用せずに, Ti 基板上に成膜させた Ti-Al 膜断面。(a)SEM 写真, (b)EDS による Ti 元素面分析結果, (c)EDS による Al 元素面分析結果

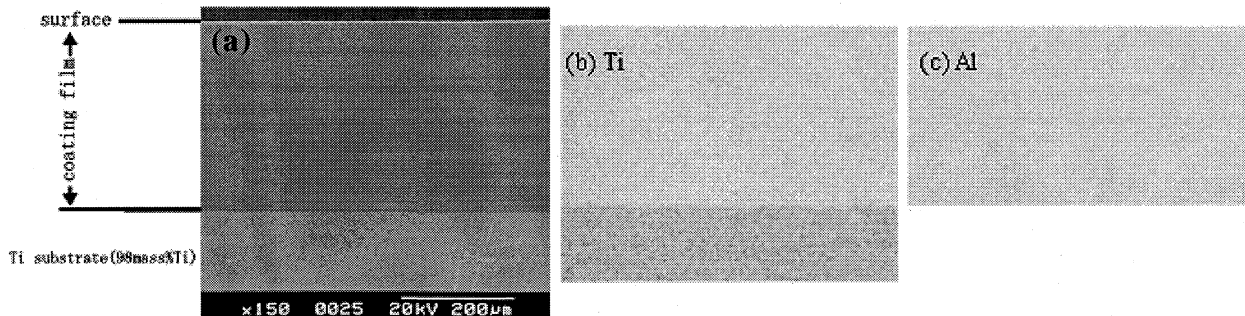


図 6 ミキサーを使用し, Ti 基板上に成膜させた TiAl 膜断面。(a)SEM 写真, (b)EDS による Ti 元素面分析結果, (c)EDS による Al 元素面分析結果

一般的に高い成膜速度を有する溶射法や Cold Spray などによる皮膜では、成膜プロセスが起因した積層組織と呼ばれる皮膜組織を呈することや膜中のき裂、空隙の存在により膜特性の不足が懸念されている。本研究成果は、本法が高い成膜速度と緻密な膜形成を両立すること、および金属、金属間化合物、窒化物セラミックスなど幅広い素材の成膜に対応できることを示しており、新しいコーティング技術として本法の優れた可能性を示唆している。

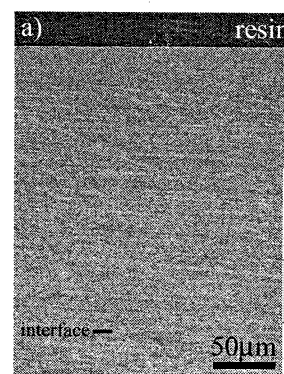


図 7 Al-Si 膜断面 SEM 写真

総合研究所 杉井 康彦

1. 液液光導波路マイクロ流体デバイスの開発

屈折率の異なる複数の溶液の界面における全反射現象を用いて光を閉じ込める液液光導波路分光法によって、界面の状態や吸着物質の高感度分析が可能である。これまでに、水・食塩水を用いた光導波路が提案されている。また液液光導波路マイクロ流体デバイスは開発されているが、流路幅が大きく安定した液液光導波路の形成が困難であった。

本報告では、マイクロスケールの濃度分布を計測するマイクロ LIF (Laser Induced Fluorescence) 法を開発し、液液光導波路マイクロ流体デバイス内の流れ場に適用し、混合・拡散を調べた結果について述べる¹¹⁾。

液液光導波路は、コアと呼ばれる内側の流れに大きな屈折率の溶液を流し、クラッドと呼ばれる外側の流れに小さな屈折率の溶液を流し、2種類の溶液の界面での光の全反射現象を利用して光導波路を作成したものである。コア幅 50 μm 、クラッド幅 100 μm 、合流部分の幅 200 μm の PDMS 製液液光導波路マイクロ流体デバイスを作成した。ガラスにスピコートを用いて SU-8 を塗布し、マスクアライナーを用いてフィルムマスクに作成した流路パターンを転写・現像して、型を作成する。作成した型に PDMS を流し込み、30 分程オープンで焼き固め、プラズマエッチングで表面処理をして親水性にした後、0.5mm の流入・流出孔にチューブを取り付け、カバーガラスに貼り付ける。

コアとして純水に蛍光染料を 100 μM 溶かした溶液を用い、クラッドには純水を用い、シリンジポンプによって送液した。レーザ光によって染料を励起し、放出される蛍光の輝度から濃度分布を求める方法である LIF 法を、マイクロスケールでの計測に応用した。図 1 に、本研究で作成したマイクロ LIF システムを示す。40 倍 (NA=1.0, W.D=0.2mm) の油浸レンズを取り付けた倒立顕微鏡を用いてマイクロデバイス内の流動を光学的に拡大した。水銀ランプ (50W) を光源として、励起フィルタ、ダイクロイックミラー、吸収フィルタからなる光学フィルタセットを用いて、落射蛍光観察を行った。これにより、励起波長 520nm、蛍光波長 590nm の蛍光観察が可能である。顕微鏡に取り付けた 1024 \times 1280pixel で 12bit、8 フレーム/秒の高感度冷却 CCD カメラを用いて蛍光画像を撮影した。撮影される画像の範囲は 358 \times 287 μm である。

図 2 に、水銀ランプによる照明で得られた蛍光画像を示す。合流後の流量は、 $3\mu\text{l}/\text{min}$ であり、線流速は $4.83\text{mm}/\text{sec}$ である。クラッドとして純水、コアとして純水の中に $100\mu\text{M}$ の蛍光染料のローダミン B を溶かしたものをを用いた。落射照明のために、画像中央付近の光強度が大きく、視野の端に行くにつれて強度が下がっている。そのため、得られた蛍光画像でも、同様に画像中央付近が明るく、端に行くに従って暗くなっている。そのため、あらかじめ $20, 40, \dots, 100\mu\text{M}$ などの種々濃度における蛍光強度と濃度の関係を調べ、得られた検量線を用いて蛍光強度から濃度分布を求めた。図 3 に、液液光導波路内マイクロデバイス内の合流部からの距離 $x=30, 180, 330\mu\text{m}$ における断面濃度分布を示す。いずれの断面でも流路中央付近で濃度が最大となり流路壁面にいくにつれて、減少している。 $x=30\mu\text{m}$ での濃度の最大値は $98.7\mu\text{M}$ であり、 $x=330\mu\text{m}$ では $90.5\mu\text{M}$ となっており、合流後、ゆるやかに拡散が進んでいることがわかる。

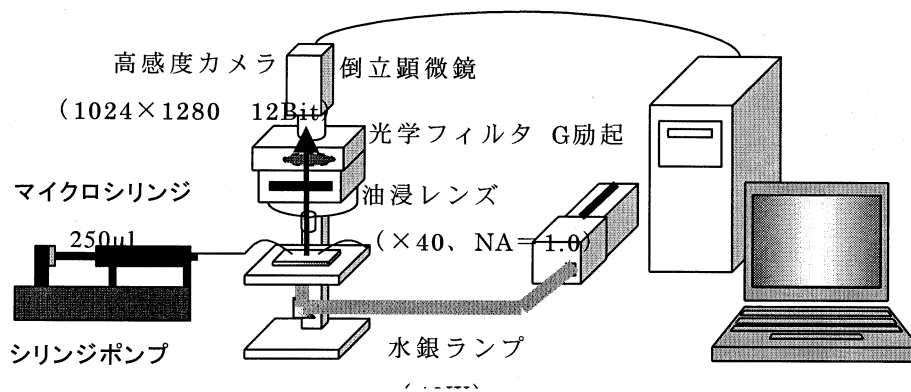


図 1 マイクロ LIF システム

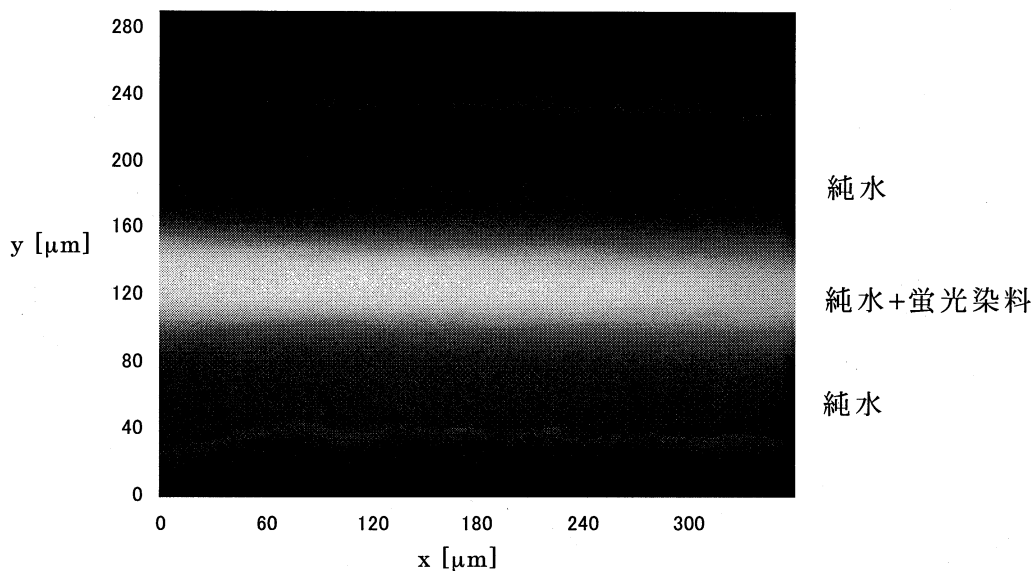


図 2 液液光導波路マイクロ流体デバイス内の流れの蛍光画像

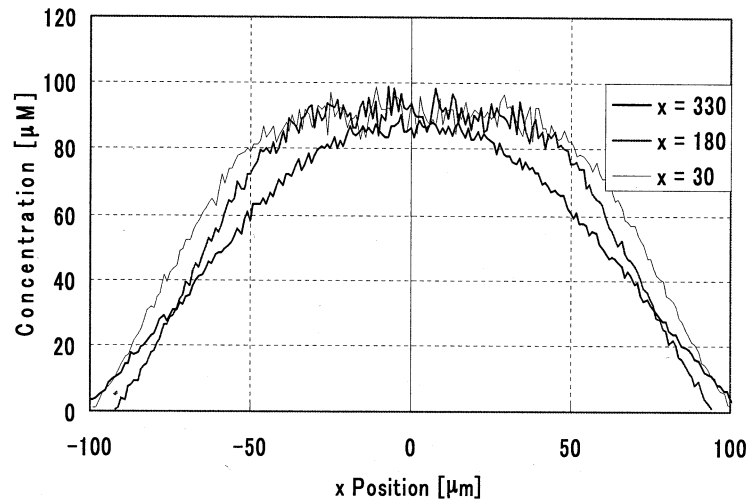


図3 濃度分布

2. 血管内皮細胞からなる疑似血管マイクロデバイスの開発

近年、動脈硬化・心筋梗塞など疾患の原因解明や予防のため、血管の内側を覆っている血管内皮細胞と血流による刺激との関係が調べられている。これまでに、*in vivo*の実験により、流体によるせん断応力とNO産生量などに相関があることが調べられているが、そのメカニズムは不明な点が多い。一方、内径が200 μm 程度の血管を模擬した*in vitro*実験システムを目指して、マイクロチップ内で血管内皮細胞を培養した疑似血管マイクロデバイスが提案されており、培養液を還流させるため、接着力を高める必要があるなど、ディッシュでの培養より多くの困難がある。また、動物実験などによって、微小循環内の血流の速度分布の計測が行われている。

本報告では、マイクロチップ内で血管内皮細胞を培養する技術を確立し、疑似血管マイクロデバイスを開発につて述べる¹²⁻¹³⁾。

まず、血管内皮細胞を35mmディッシュで培養を行い、コーティング剤による細胞の接着性の比較を行った。比較に用いたコーティング剤は、細胞外マトリックス・タンパク質であるフィブロネクチンとマトリゲルを用いた。培養には凍結保存している正常ヒト臍帯静脈内皮細胞・プールドを解凍し、培養液に内皮細胞培地キット-2 (2% FBS) を用いて培養を行った。初期細胞として、 $3.0 \times 10^3 \text{ cells/cm}^2$ の細胞を2.0mlの培養液に巻き、37.0 $^{\circ}\text{C}$ の5.0%CO₂インキュベーター内で培養を行った。培養開始から24時間後に培地替えを行い、その後は3日間置きに培地替えを行い、コンフルエントになるまで観察した。

図4に増殖曲線を示す。0時間は細胞を巻いた数であり、初め接着していない細胞がいるため細胞数が減少している。24時間後の観察結果より、細胞の接着性はマトリゲルのコーティングが最も良いことが分かった。コーティングなしでは細胞の増殖が見られず、フィブロネクチンとマトリゲルでは接着した細胞が増殖を始め、174時間後と246時間後で細胞数にほぼ変化が見られなくなりコンフルエントになった。

疑似血管デバイスの作成のため、PDMS製マイクロチップを作成し、流路壁面をコーティングし内皮細胞の培養を行った。図5に作成したマイクロチップを示す。マイクロチャネルは幅300 μm 、深さ110 μm 、長さ3cmである。マイクロチャネルの壁面にフィブロネクチンとマトリゲルによるコーティングを行った。細胞と培養液はディッシュで培養したもの

と同様のものを用いた。初期に培養液 1.0ml に細胞を 2.5×10^4 cells 巻き、落差法を用いて細胞懸濁液を還流させ、細胞を接着させた。その後、37.0℃の 5.0%CO₂ インキュベーター内で培養を行った。マトリゲルにおける 6 時間後の細胞の接着を示す。マトリゲルのコーティングを確認し、マイクロチャンネル内のガラス面と PDMS 面の両方で細胞の接着を確認することができた。

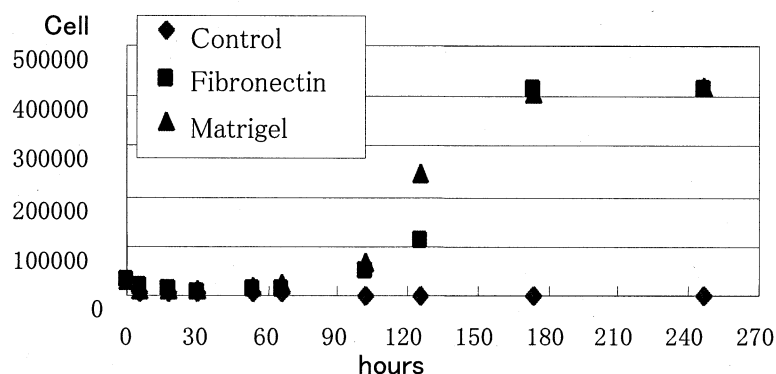


図 4 内皮細胞の増殖曲線

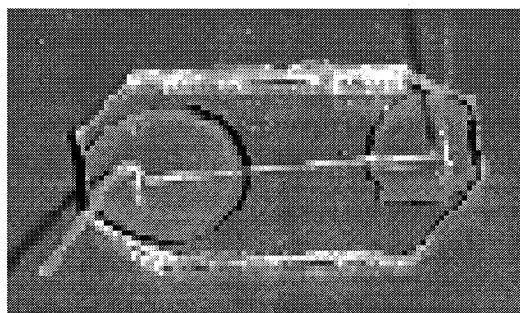


図 5 PDMS 製マイクロチップ

6. 結 言

同軸対向噴流による自励振動現象を利用したミキサーを開発、超音速フリージェット PVD 装置に組み込み本ミキサーの性能を確認した。

本プロジェクトの成果により、本ミキサーの使用により、別々のチェンバで生成させた異種ナノ粒子を均一に混合させることが可能であり、数百μm を超える厚膜でありながら、緻密で微細結晶粒からなる皮膜の形成に成功した。

謝 辞

本プロジェクトの推進にあたり、工学院大学大学院機械工学専攻修士課程高橋久信氏、田中剛広氏、同大学工学部機械システム工学科松村慎一氏、藤井良平氏、一尾沙貴子氏にご協力戴きました。ここに記し、心より感謝を申し上げます。

文 献

1) 廣木富士男, 湯本敦史, 丹羽直毅, 山本圭治郎 (出願タマティールオー株), 流体混合装置, 特願 2004-173484

- 2) 湯本敦史, 丹羽直毅, 廣木富士男, 塩田一路, 山本剛久 (出願タマティールエー株), 物理蒸着装置, 特願 2004-300122
- 3) H. Takahashi, F. Hiroki, A. Yumoto, and K. Yamamoto: 8th International Symposium on Fluid Control, Measurement and Visualization (8FLUCOM), Chengdu(China), August. 22-25 2005. CD-ROM proceedings. (6-1)
- 4). 高橋久信:05 年度工学院大学大学院機械工学専攻修士論文
- 5) 廣木富士男, 湯本敦史, 太田和登, 田中剛広, 山本圭一郎: 設計工学第 40 卷 3 号 (2005), pp.41-47.
- 6) 山本圭治朗, 野本明, 川島忠雄, 中土宜明: 油圧と空気圧 6 (1974)10-19
- 7) 湯本敦史, 廣木富士男, 塩田一路, 丹羽直毅: J. Japan Inst. Metals 65 (2001) 635-643
- 8) 湯本敦史, 廣木富士男, 塩田一路, 丹羽直毅: 熱処理 42 (2002) 83-90
- 9) A. Yumoto, T. Yamamoto, F. Hiroki, I. Shiota and N. Niwa: Materials Science Forum, vol. 492-493 (2005), pp. 341-346.
- 10) A. Yumoto, T. Yamamoto, F. Hiroki, I. Shiota and N. Niwa: Mater. Trans. 45 (2004), pp. 2740-2743.
- 11) Y. Sugii, Y. Ishikawa: Flow Visualization of Liquid/Liquid Optical Waveguide Microfluidic Device, Proc. 5th Joint ASME/JSME Fluids Engineering Conference (2007), FEDSM2007-37606.
- 12) Y. Tanaka Y. Kikukawa, K. Sato, Y. Sugii, T. Kitamori: GLASS MICROCHIP-BASED BIOASSAY SYSTEM USING HUMAN ARTERIAL ENDOTHELIAL CELLS, The 11th International Conference on Miniaturized Systems for Chemistry and Life Sciences (2007)
- 13) N. Segawa N, Y. Sugii: In Vitro Experiments of Blood Flow in Microchip Cultured Endothelial Cells, Third Asian Pacific Conference on Biomechanics (2007)

VI マイクロシステム統合化技術

6. マイクロシステム統合化技術

6.1 マイクロ機械のロボット化

機械システム工学科 高信英明

機械システム工学科 三浦宏文

1. 概要

本研究では、昆虫型マイクロロボットを開発することを通して、マイクロ機械を高集積型ロボットとする技術の透明化を課題とする。世界的にもマイクロ機械は多々研究されており、その産業化・一般化が期待されている。これに対して研究実施者らはマイクロ機械・ロボットを軸にこれまで研究を展開している。そこで本研究では従来開発されてきたマイクロ機械をロボット化することおよびその際の技術的解決方法を提案することを進めていく。

2. 研究目的

ナノマシンに代表されるように、マイクロ機械への産学共同による取り組みが加速しており、実用化が大きく期待されている。この現況を鑑み、本研究では「マイクロ機械をロボット化する技術の提案」を目的とする。

図1左に示すように、手の平サイズの昆虫型マイクロ機械は工学院大学において既に開発しており、さらなる小型化・自立化へ向けて研究を加速していくことが求められている。その波及効果としては医療福祉・災害復旧・防災への貢献が期待できる。

3. これまでの研究

これまでに研究実施者らは「マイクロ機械とロボット」を基盤に研究を展開してきた。その研究成果として、昆虫型マイクロ機械（コオロギ、クモ、アメンボ）・ヒューマノイドロボットを研究してきており、マイクロ機械とロボットの双方の経験は十分である。その中でもマイクロ機械に関しては既に手の

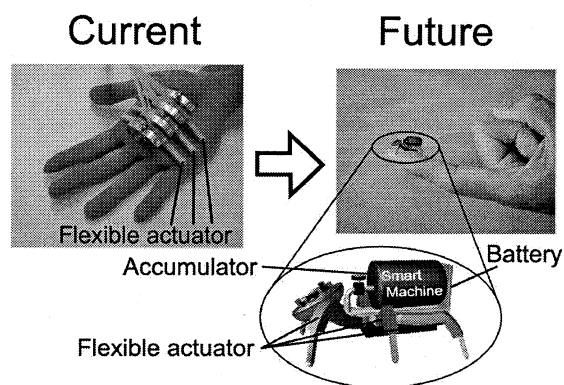
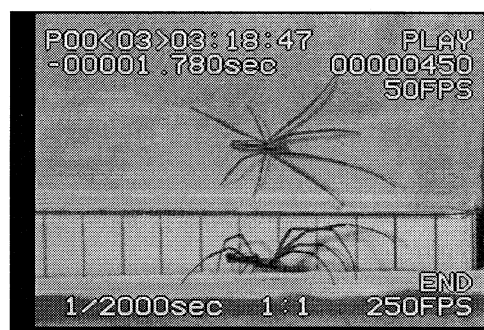
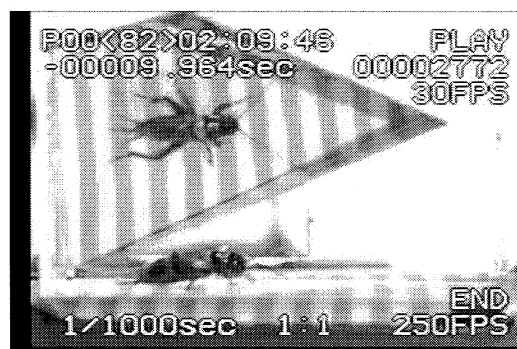


図1 マイクロロボットのイメージ図



(a) クモの歩行



(b) コオロギの歩行

図2 昆虫歩行の計測システム

平サイズは実現している。

4. コオロギ

4. 1 コオロギのモデル化

ロボットの地上での移動手段は車輪, クローラ, 脚式が主流になっている. しかし, これらの移動手段ではロボット本体よりも大きな段差や溝を越えることは難しい. そこで, 歩行・跳躍の両方を行えるロボットを開発すれば, 歩行では越えることができない障害でも跳躍を行うことで飛び越えることができ, ロボットの行動範囲を拡大することができる. 本研究では, その前段階として脚機構を用いた跳躍ロボットの開発を行う.

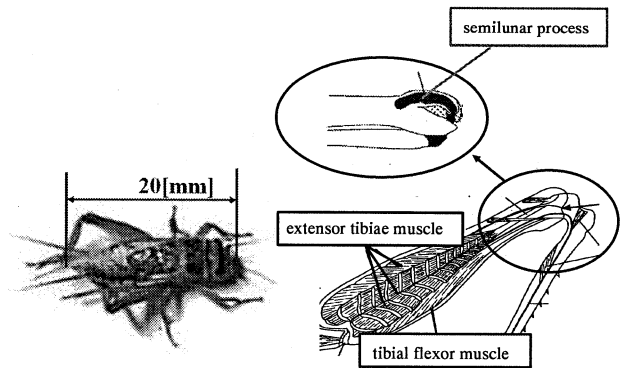


図3 コオロギの脚部

まず, 図2に示す昆虫計測システムを用い, コオロギ(図3)の歩行および跳躍動作を計測した.

計測したデータを基礎として, シミュレーションを作成した. 図4は6脚步行シミュレーションである. このシミュレーション結果をもとに, ロボットハードウェアを製作した. 本報告では歩行・跳躍のうち, 特に跳躍動作に着目して新たに開発した機構について述べる.

跳躍機構の設計においてコオロギの脚を規範としたのは, コオロギの後脚は歩行・跳躍の両方を行う

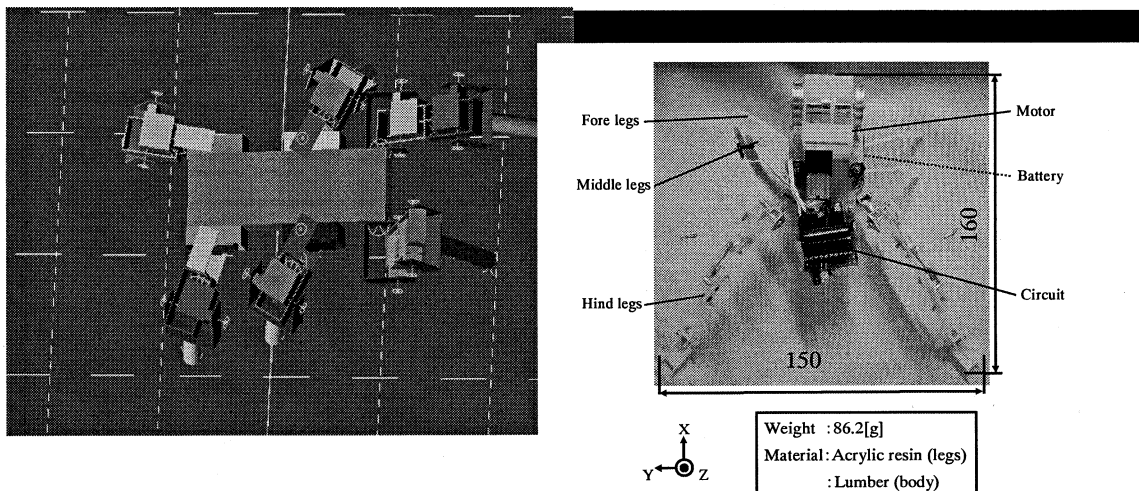
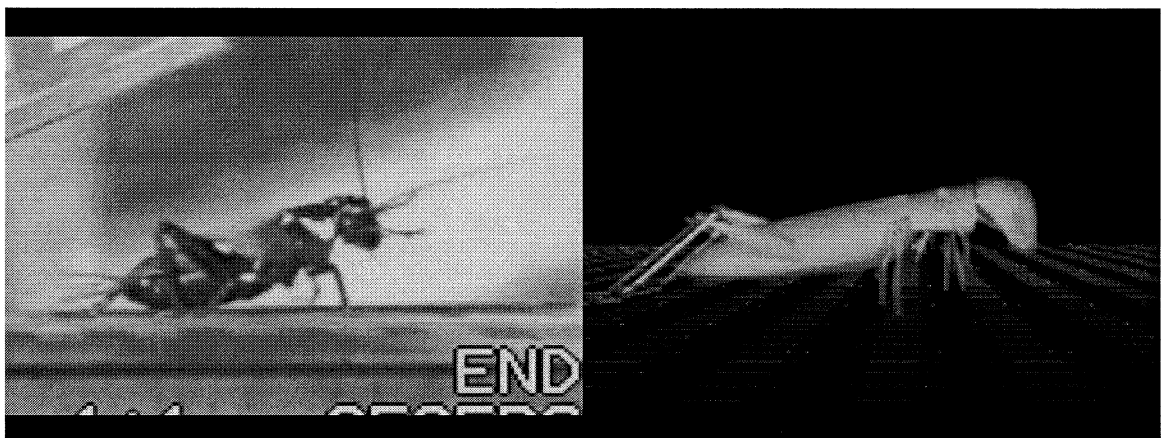


図4 歩行

ことができる構造になっているためである。また、バッタが跳躍の際に翅を使用し飛翔も同時に行っているのに対し、コオロギは飛翔を行わず、跳躍のみを行っているため、正確な跳躍のデータが期待できる。

コオロギの跳躍は、主に後脚にある伸筋(extensor tibiae muscle)、屈筋(tibial flexor muscle)、そして弾性体であるレジリン(semilunar process)を用いて行われる。屈筋を収縮させて脚を曲げ、屈筋と伸筋を同時に収縮させることによりレジリンに力を蓄える。そして屈筋の収縮を緩めることでレジリンに蓄えられた力が開放され、跳躍に至るといえるしくみである[1]。

4. 2 コオロギロボットによる跳躍実験

開発したロボットを図5に示す。コオロギの筋の代わりに、ロボットではテグスを用いた。連続跳躍はモータの正転・逆転で行い、プーリーでテグスを巻き取ることで筋の収縮を再現している。レジリンの代わりになる弾性体は、ねじりコイルばねを使用した。これを用いることで、機体の小型化・軽量化を図った。また、このロボットは自立化も目的としているため、必要な回路も製作した。このロボットの自由度は、後脚の膝関節のみの各1自由度で、計2自由度である。また、前・中脚はネジで固定しているため手動での可動も可能である。

開発したロボットの跳躍動作を撮影し、解析を行った。実験は体軸の初期角度を 0°]、 10°]、 20°]、 30°]と変化させて行った。図6のようにコオロギとロボットの跳躍をビデオ撮影し、これをもとにしたロボット跳躍のピッチ軸回りの角度変化を図7に示す。体軸変化のグラフの X 軸は時間、Y 軸は体軸角度を示したものである。跳躍開始は 0 [ms]地点とした。体軸変化において跳躍開始点と角度最高点までの差を見ると、コオロギの角度の差に近いのは、ロボットの跳躍初期角度が 10°]と 20°]の時であった。

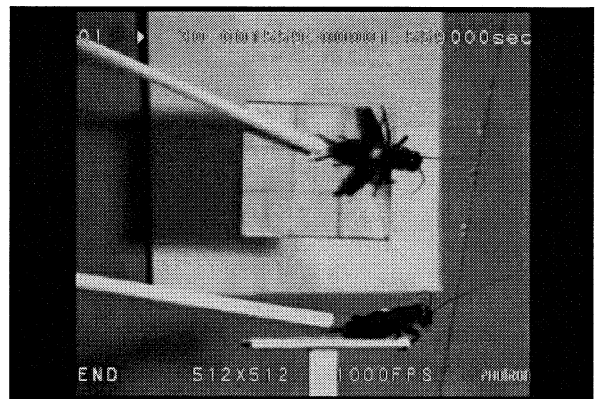
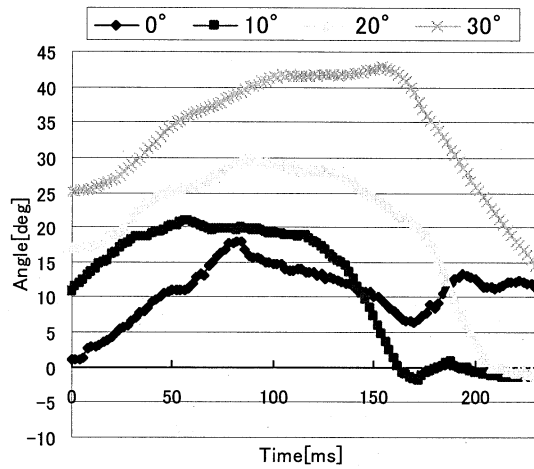
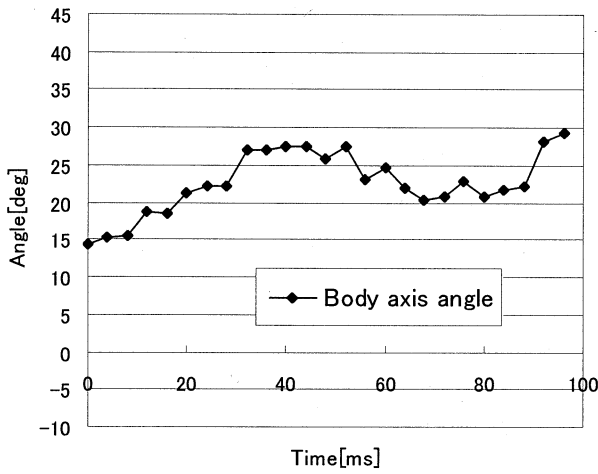
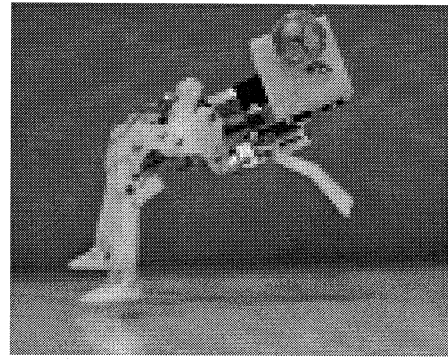
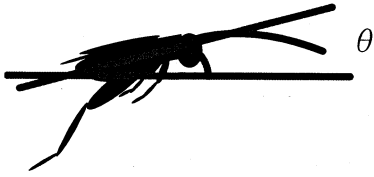


図6 コオロギの跳躍



コオロギ

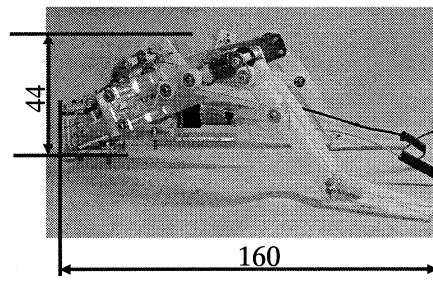
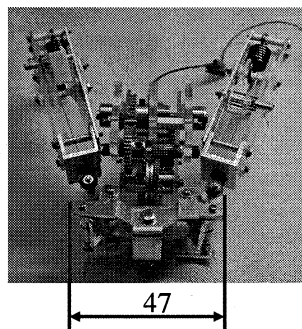
コオロギロボット

図7 跳躍時の体軸角度の比較

4. 3 跳躍機構の改良

以上に述べた後脚は、跳躍のみに着目していた。これに対して2007年度は、跳躍と歩行の両方が可能な後脚の開発を目標とした。

脚に内蔵している1つのばねで歩行と跳躍を行わせるには、全ての動作で等しい力が必要になり、歩行の素早い動きを行わせることが困難である。そこで、ばね定数の異なる2つのばねを用い、歩行時に



[mm]

Weight: 163.4[g]

図8 2007年度ロボットの後脚

は弱いばねを、跳躍時には強いばねを伸縮させることで歩行と跳躍を両立させる。こうして開発した後脚を図8に示す。

開発した後脚を搭載した2007年型コオロギロボットの全体写真を図9に示す。

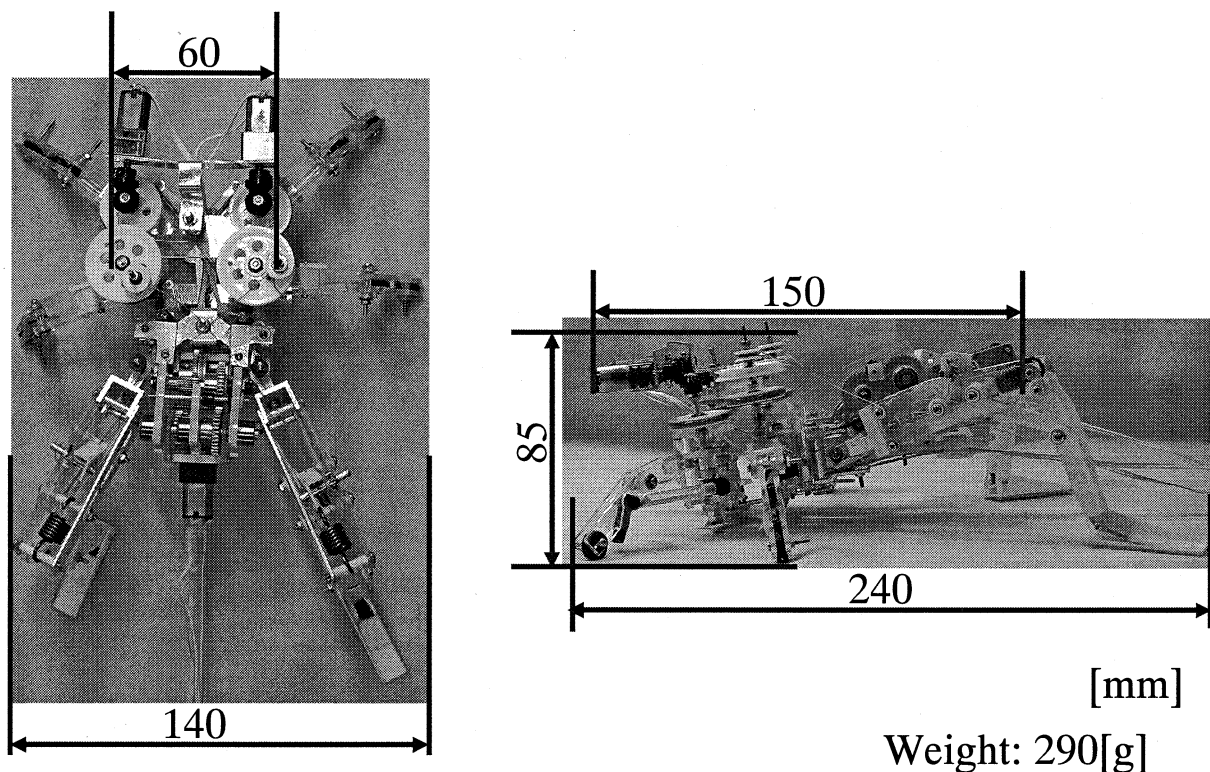


図9 コオロギ型ロボット

5. アメンボ

5.1 アメンボのモデル化

図10のように、アメンボには他の昆虫と同じように脚が6本あり、水面を移動（直進）する際には2本の中脚を同時にボートのオールのように動かし水を掻く。その動きを横から見ると、楕円に近い軌

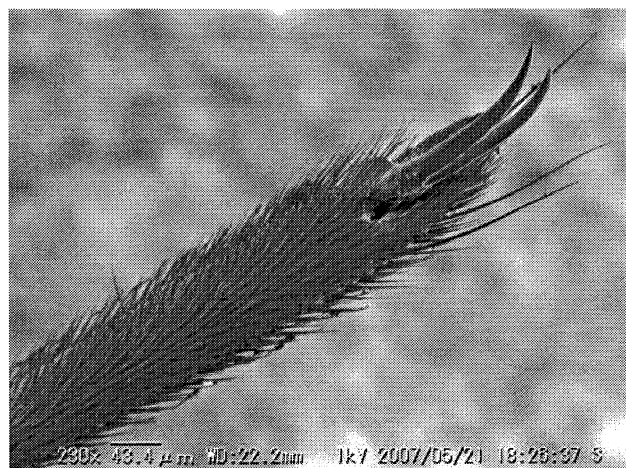
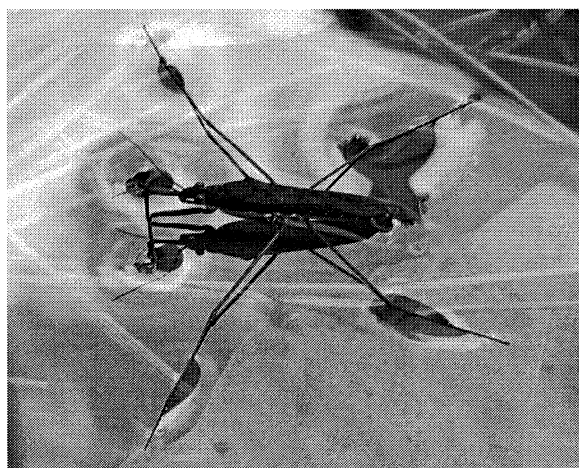


図10 アメンボと脚先

道を描いている。しかし、ボートのオールと違い、アメンボの脚は水中には入らず、水面を押すようにして、脚の力を水に伝え水面を移動する[2]。この原理を応用すれば水面移動が可能になると考えられる。

アメンボロボットは水面で浮くためには軽量でなければならない。そのため、アクチュエータや電源は軽量なものを選択し、脚を動かす機構はできるだけ簡単にする必要がある。そこで本研究では、電動模型飛行機等で使われる DIDEL 社製の DC コアレスモータ (約 0.5[g]) と Li-Po 電池 (約 0.7[g]) を使用し、またモータの円運動から楕円軌道を描かせるためにスライダクランク機構を応用した。図 1 1 に示すように、スライダクランク機構の接続棒上のある点は楕円に似た軌道を描く。製作したスライダクランク機構の材料には軽量化のためスチレンボードとバルサを使用している。上述した点に相当する部分には直径約 2[mm]の穴があいており、その穴に中脚を刺し込み、この点が楕円軌道を描くと、軸受けを通して反対側の脚先が大きな楕円軌道を描く。

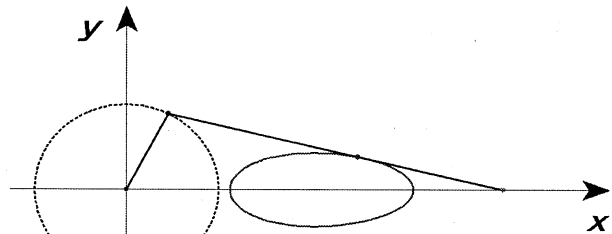


図 1 1 アメンボ脚機構のモデル

5. 2 アメンボロボット

ロボットを水面で支える 4 本の脚に PDMS を用いた脚を使用した。MEMS 技術を応用し、楕形に製作した PDMS を直径 0.4[mm]のアルミ棒に巻きつけた (図 1 2)。この脚を取り付けたロボットを図 1 3 に示す。脚 1 本の長さは 135[mm]である。この 4 本の支持脚によるペイロードは 7.5[g](実験値)であり、ロボット全体の質量は 5.4[g]である。

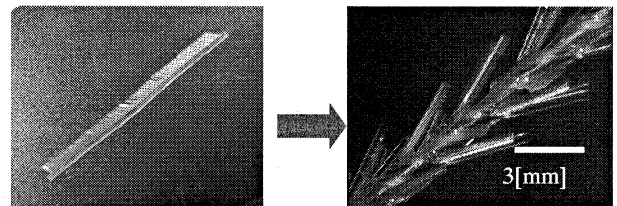


図 1 2 アメンボロボット脚部の製作

製作したロボットの水上実験を行った。その結果、ロボットは表面張力で水面に浮き、水面移動に成功した。水面移動の様子を図 1 4 に、ロボットの移動速度の変化を図 1 5 に示す。実験の結果、ロボットの最高速度は 90[mm/s]となった。

また、図 1 6 に示すような新たな駆動原理を用いた振動型アメンボロボットも開発した。これは、重心を偏心させた小型モータを胴体に搭載し、携帯電話の振動モータのように振動させることによって固有振動の異なる脚が振動し、水面上で推進力を得る機構である。長さの異なる脚先には半導体製造技術を用いた凹凸加工を施してある。

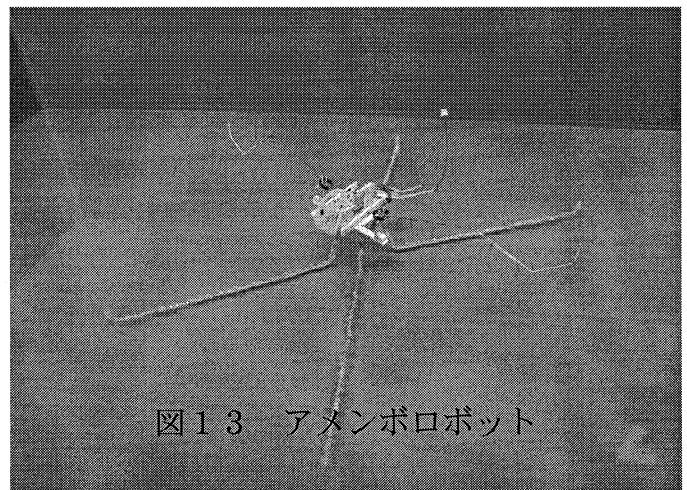


図 1 3 アメンボロボット

5. 結言

マイクロ機械のロボット化として、昆虫型マイクロロボットの基礎研究を進めた。具体的には昆虫の一種であるコオロギとアメンボに着目し、下記の結果を得た。

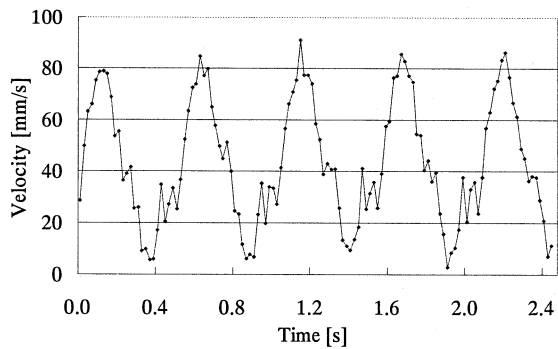
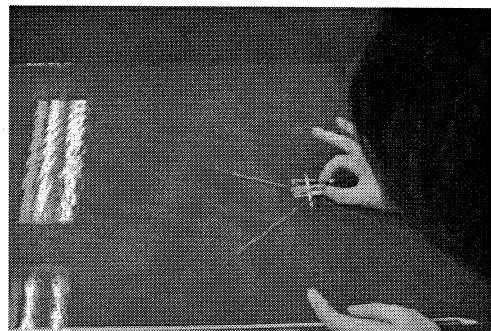


図14 ロボットの移動速度

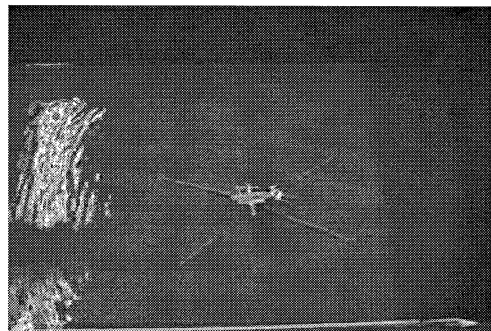
- 1) コオロギロボットの跳躍実験を行った結果、実際のコオロギに近い跳躍ができることがわかった。
 - 2) 2種類のアメンボロボットによる、表面張力を用いた水面移動を実現した
- 以上により、本研究の当初の計画を達成した。

参考文献

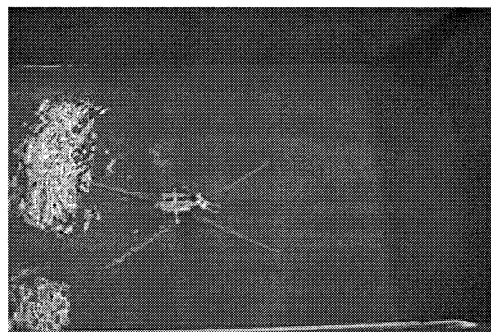
- [1] R.F.Chapman : “The Insects 4th Edition”, CAMBRIDGE UNIVERSITY PRESS, 1998.
- [2] D.L. Hu, B. Chan, and J.W.M. Bush: The hydrodynamics of water strider locomotion, Nature, vol. 424, pp. 663-666, 2003.



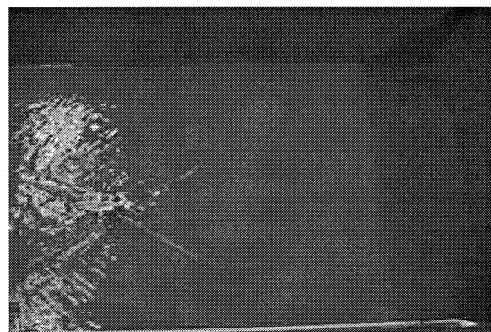
0[s]



2[s]

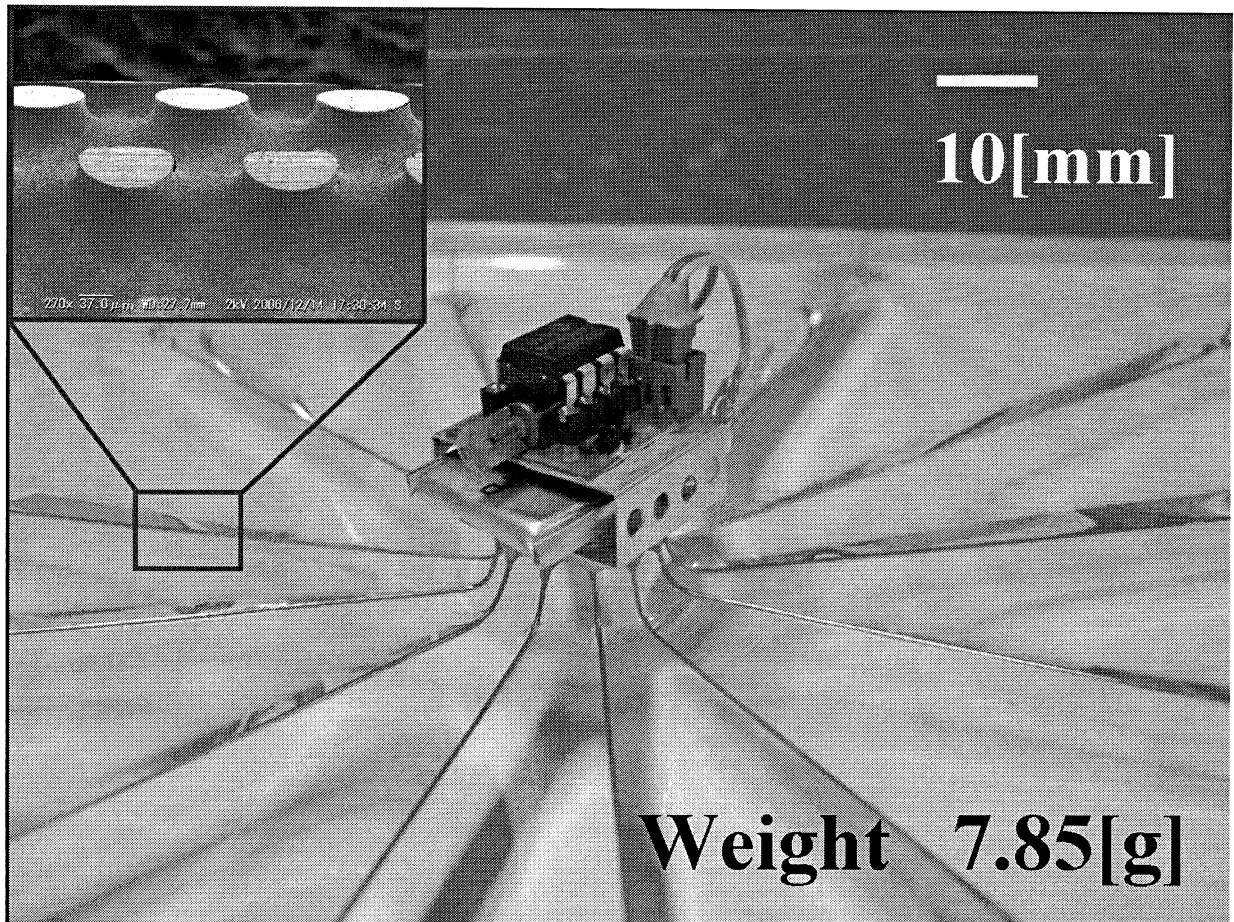


4[s]

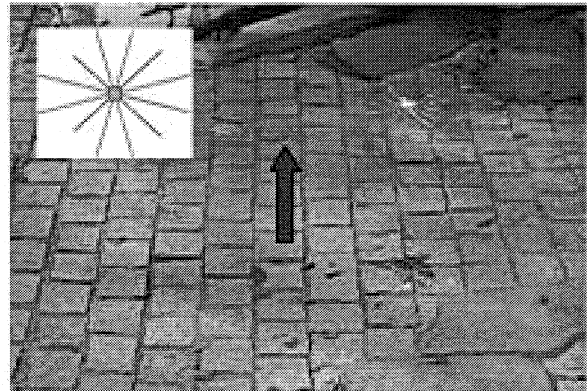


6[s]

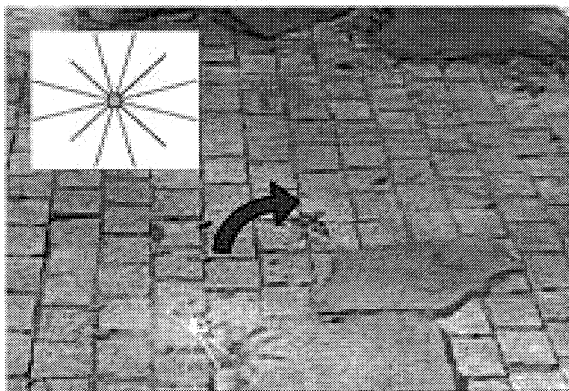
図15 ロボットの水面移動



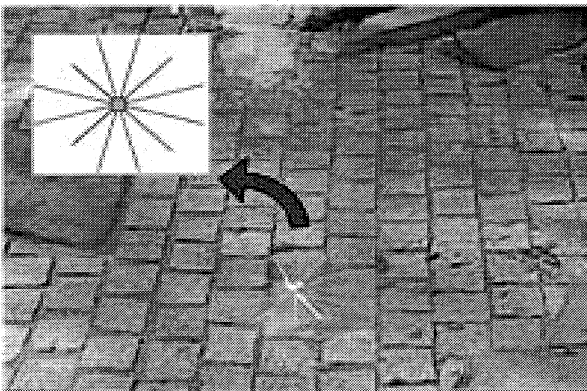
(a) Initial position



(b) Straight Motion



(c) Right Turn



(d) Left Turn

図16 振動型アメンボロボットとその水面移動

6. マイクロシステム統合化技術

6-2 羽ばたき型マイクロ・エア・ビークルの開発

機械工学科 水野明哲

機械工学科 飯田明由

機械工学科 金野祥久

1. はじめに

災害地や極限環境において被災者の探査や被害状況の調査に用いられる小型飛翔体(MAV: Micro Air Vehicle)の開発においては、昆虫の飛翔に見られるようなホバリング飛行(空中静止)を始めとする高度な飛行を実現することが必須課題である。現在、世界各国でさまざまな MAV が開発されているが⁽¹⁾、羽ばたき翼によってホバリング飛行を実現した MAV は未だに開発されていない。このため、昆虫や鳥類の高い飛行性能を規範とした飛翔体の開発が精力的に進められている⁽²⁾。

本研究では、昆虫の飛翔メカニズムの解明と昆虫型 MAV の開発を目指し、トンボを使った非定常流れ場の計測技術の開発、昆虫を規範とした羽ばたき機構の流れ場と流体力の定量的な評価を行なった。

2. 昆虫の飛翔解析

本研究では、実際の昆虫(トンボ)の飛翔を計測することにより、昆虫の飛翔を流体力学的に解明することを目指の一つとした。そのため、昆虫の飛翔を解析することが可能な、非定常流れ計測システム、微小流体力計測システムを開発した。開発した計測システムの仕様を以下に示す。

(1) 非定常流れ計測システム

トンボの羽ばたき周波数は約 30 Hz であり、小型の昆虫類としては比較的低周波数である。しかしながらその翅まわりの流れ場を非定常に捉えるためには、1 フレーム当たりの翅の移動量を 1 mm とした場合で約 3000 Hz 程度での計測が必要となる。そこで本研究では高速度ビデオカメラ(X-Stream VISION XS-4: IDT Co., Ltd.)と赤外線レーザー(XS-IR DPSS Laser Unit: IDT Co. Ltd.)を用いた高速 PIV 計測システムを構築した。PIV 計測に用いるトレーサ粒子には代表粒径 $1\mu\text{m}\sim 3\mu\text{m}$ のオイルミスト(DANTEC SAFEX F2010)を用いた。

(2) 非定常流体力計測

解析対象とするトンボが発生させる流体力は、その体重から推定して約 3mN 程度であると考えられる。本研究ではトンボが発生する微小流体力を非定常に直接計測するため、カンチレバー(片持ち梁)とひずみゲージを用いた微小流体力計測装置を製作した。ただし、トンボの約 30 Hz 羽ばたき周波数との共振を避けるため、カンチレバーは高感度かつ高剛性である必要がある。そこで本研究では、カーボンロッド($\phi 3\text{ mm}\times 150\text{ mm}$)と半導体ひずみゲージ(ゲージ率 -114: 共和電業社製)を用い、先端負荷約 5mN での固有振動数がトンボの羽ばたき周波数の 2 倍以上(66 Hz)を実現した。また対象とする力が微小であるためひずみゲージの温度ドリフトが計測誤差の要因となる。その対策としてひずみゲージ周辺に断熱材を施すと同時に、計測機器周辺環境の温度管理を行った。その結果、本装置では荷重 0.98mN \sim 49.1mN において計測誤差 1%以内を確保した。

(3) 羽ばたき運動解析

羽ばたき運動を評価する上で、ストロークプレーン(翅の前縁が描く軌跡)、ひねり角度、羽ばたき

振幅, 羽ばたき周波数等は特に重要なパラメータである. これらの値を定量的に評価するため, 本研究では PIV 計測用に得られた画像から, レーザシートが照射された翅の断面をモーションキャプチャ法により追跡することで, 各時刻における翅の前縁および後縁の座標を計測した. モーションキャプチャ法は画像計測の一種であり, 本計測における精度は翅のひねり角度にして約 10% 程度の誤差を含んでいる.

図1に, 開発したシステムを用いて測定したトンボの周りの渦度の計測例を示す. この図は羽ばたきの一周期中で鉛直方向分力が最大になる瞬間と最小になった瞬間の渦度場である.

鉛直方向の力が最大値に達する瞬間では, 翼弦長と概ね等しい直径の渦が翅の上面に形成されている様子がわかる. 反対に, 力が最低値になる瞬間では, 渦の直径が大きく, 翅からも離脱し始めている様子がわかる. またこの場合, 下死点から振り上げる状態であるため, 翅のひねり角度が 120 deg 程度と大きな値を示していることから, 渦の影響を受け難い状態にあると考えられる.

昆虫の飛翔現象において渦の効果が重要であることは多くの研究により報告されている⁽³⁾. しかし渦と流体力の関係を定量的に示した例はほとんどない. 本研究で開発した計測システムを用いて, 羽ばたき翼周りの流れ場と流体力の同時計測を行うことにより, 羽ばたき翼周りの渦と流体力の関係を定量的に評価した結果を以下に示す.

図2にトンボの翅周りの渦度の特性量 $(|\omega_z \cdot D|)/L_v f$ (横軸) に対する揚力を示す. トンボの羽ばたきによって発生する流体力は渦度の強度 ω_z とその面積 D に比例し, 渦と翅の距離 L_v に反比例すると考えられることか横軸の特性量と揚力の間には比例関係があることが予想される. 縦軸の揚力は自重で無次元化した.

翅に影響を与える無次元渦強度渦 $(|\omega_z \cdot D|)/L_v$ が大きくなると揚力が増加することがわかる. 渦と翅の距離 L_v に対する流体力の大きさを比較した結果, 渦と翅との距離が翅の翼弦長程度のとき大きな揚力が発生していることも明らかとなった.

トンボの羽ばたきにより翅まわりに生じる三次元的な渦構造を可視化した結果を図3に示す翅中腹付近の前縁から発生した渦と, 翅の先端から発生した渦の組み合わせによって, 翅上面に半U字形の渦が形成されていることがわかる.

エラー! 参照元が見つかりません. F_v と水平方向成分 F_H と定義し, F_v と F_H の合力をトンボに作用する全流体力 F_R , 水平軸と F_R のなす角 (反時計回りを正) を流体力の作用角度 ψ とする.

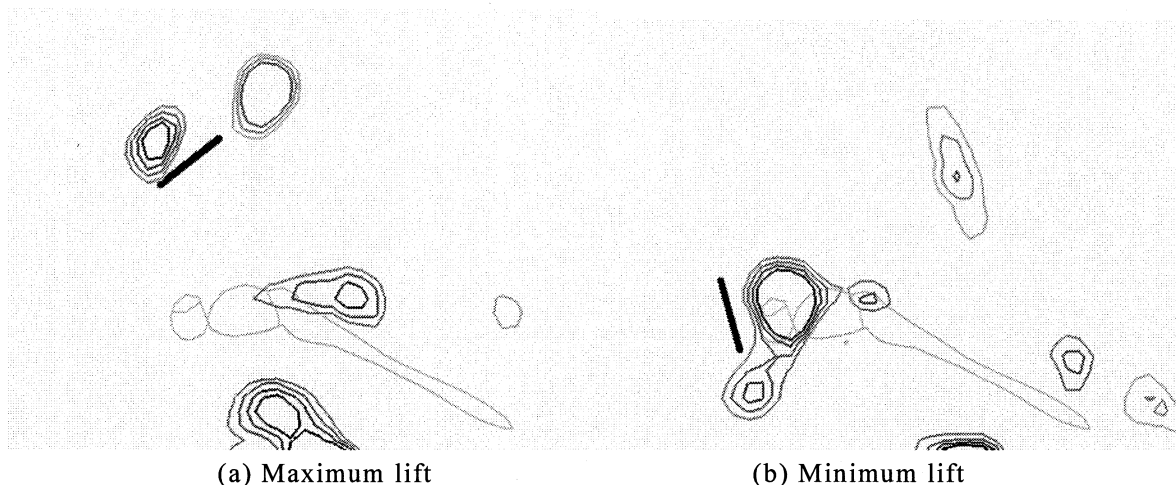


Fig. 1 Vortex structures around a flapping airfoil of a dragonfly

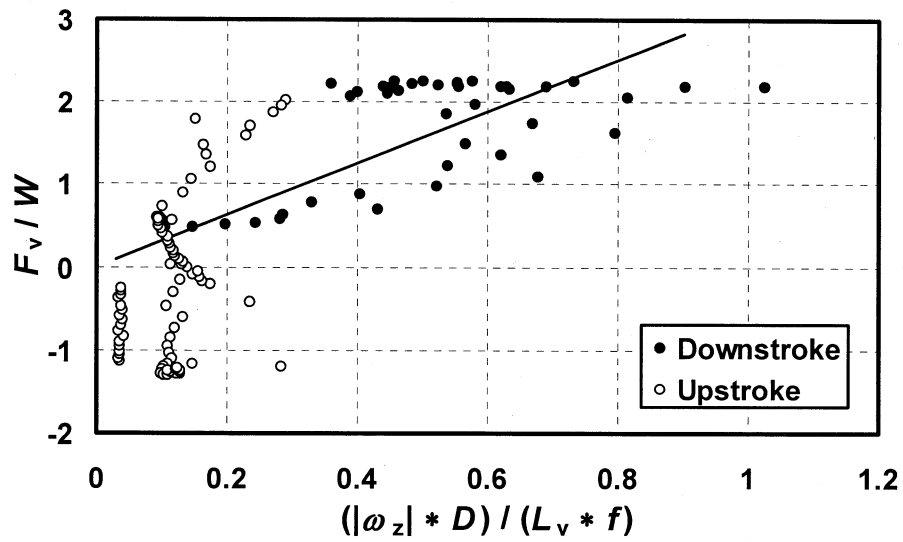


Fig. 2 Correlation between vortex structures and vertical force

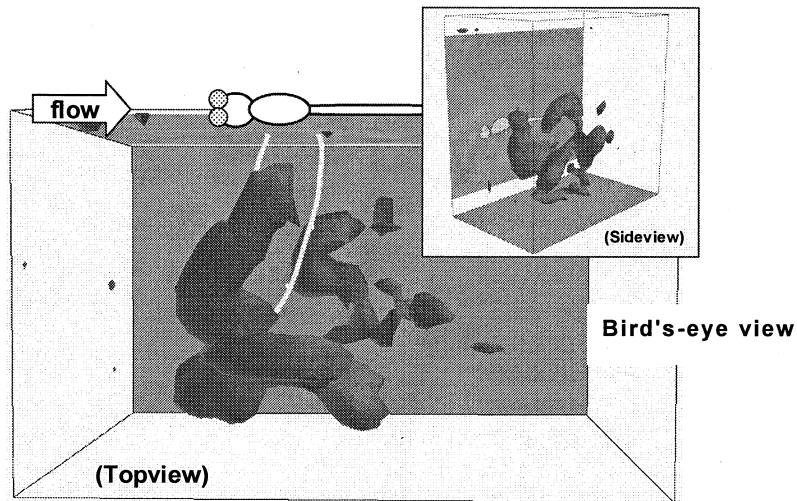


Fig. 3 Three-dimensional vortex structures around a dragonfly

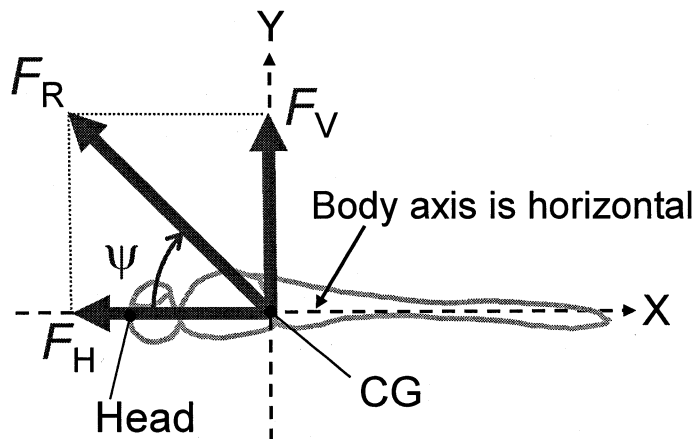


Fig.4. Schematics of aerodynamic force on a dragonfly

図 5 にトンボの羽ばたき運動によって発生する流体力を前翅と後翅の羽ばたき位相差 δ によって分類した結果を示す。トンボの種類や固体差による流体力の発生量を補正するため、羽ばたき運動によって発生する流体力が、羽ばたき周波数 f の 2 乗と翼面積 A に比例すると仮定して、実験によって得られた流体力を補正し、各個体の自重で無次元化した。

羽ばたき位相差 δ が小さいときは水平方向成分 F_H より鉛直方向成分 F_V の方が大きく、羽ばたき位相差 δ が大きくなると、鉛直方向成分 F_V よりも水平方向成分 F_H が大きくなるのがわかる。鉛直方向成分と水平方向成分の合力 F_R は、羽ばたき位相差 δ が大きくなるにしたがい、徐々に増加する傾向がみられるが、ほぼ自重の 1.5 倍である。

図 6 に前翅と後翅の羽ばたき位相差 δ と流体力の作用角度 ψ の関係を示す。羽ばたき位相差 δ を調整することにより、流体力の作用角度 ψ を 10 度から約 120 度まで変えられることがわかる。このことから、トンボは姿勢を変化させなくとも、流体力の作用方向を変化させることが可能である、すなわち、前翅と後翅の位相差 δ を変えることによって飛行方向を制御することができると考えられる。

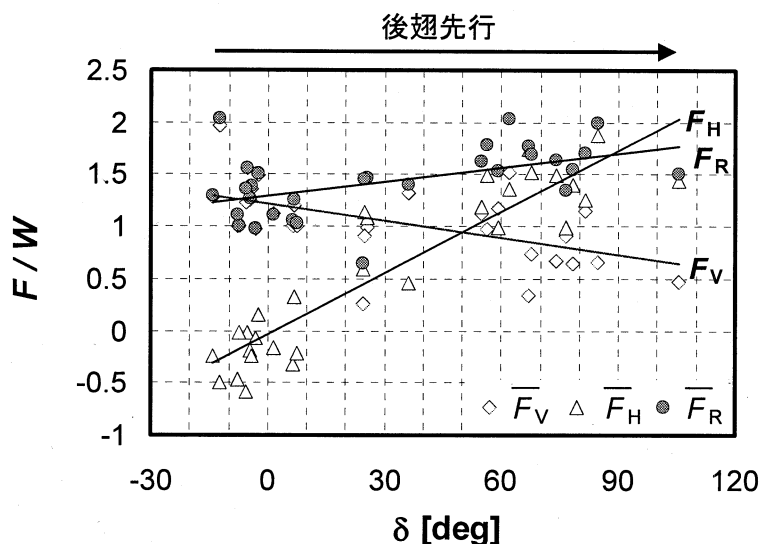


Fig. 5 Effect of phase difference of hindwing and forewing on aerodynamic force generation

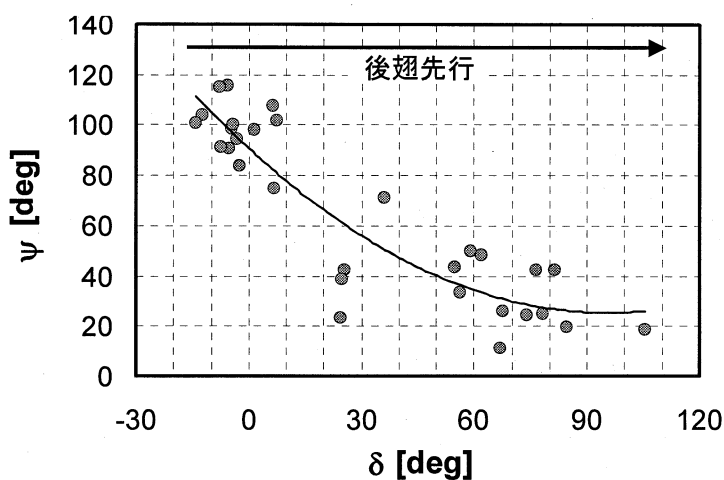


Fig. 5 Effect of phase difference of hindwing and forewing on direction of aerodynamic force

流れの可視化結果から、位相差 δ が大きい場合、渦度場は前翅と後翅のそれぞれに、翼弦長と同程度の直径をもった前縁渦と後縁渦が発生し、渦による誘起速度によって前翅下面と後翅上面の間に流れが発生していることがわかった。翅の間から押し出される流れの運動量変化に伴って推力が発生する。一方、位相差 δ が小さい場合、前翅上面に翼弦長の2倍程度の直径の大きなはく離渦が発生し、この渦の負圧によって上向きの流体力が作用することも確認された。

3. 羽ばたき型 MAV の開発

3.1 羽ばたき機構

トンボに関する実験結果から、羽ばたき型 MAV を開発するには、羽ばたき運動の位相差、ひねり運動が重要であることがわかった。図 6 に製作した羽ばたき機構を示す。機構全体の重量は 0.7 g である。翼周りの流れ場の様子を詳しく調べるため、翼は一对とした。羽ばたき機構は、外部からの電源供給によってモータ (DIDEL MK04S-24) を回転させ、リンク機構より回転運動を往復運動に変換した。クランクを使用することで左右の翼をほぼ同時に羽ばたかせることができる。図 7 に翼のひねり機構を示す。翼は羽ばたき運動用のアームに軸によって接続されており、羽ばたき運動に対してひねることができるようにになっている。軸の根元にはストッパーが付いており、これによりひねり角度を調整している。羽ばたき運動によって発生する流体力と軸に作用する摩擦のバランスを調整することによって、トンボのように翼をひねることができる。この機構では歯車やリンクなどが不要なため、機構を軽量化することができる。羽ばたき機構の翼には、トンボ前翅を使用した。

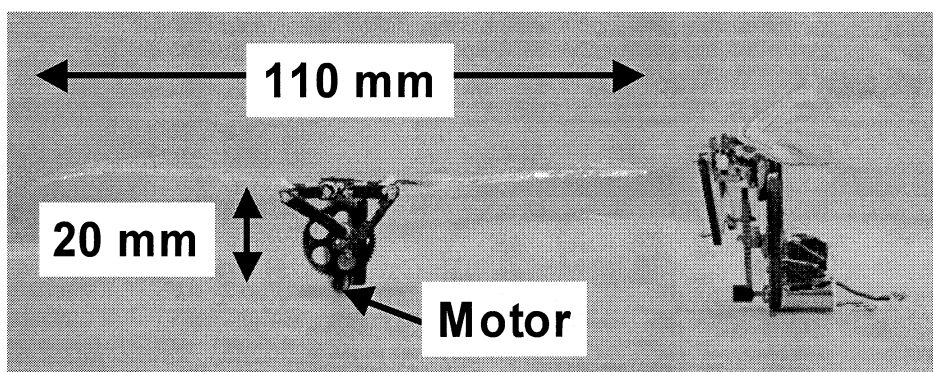


Fig. 6 Picture of mechanical flapper

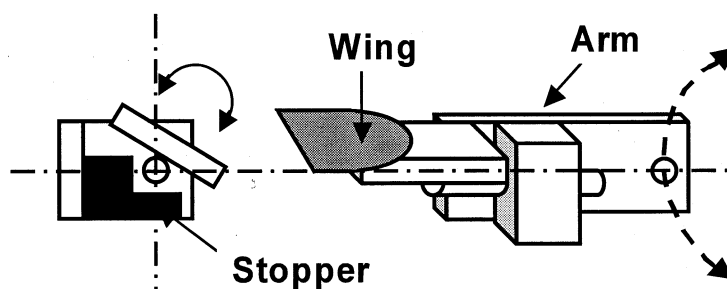


Fig. 7 Schematics of twist mechanism of mechanical flapper

羽ばたき機構周りの流れ場の測定結果を図 8 に示す。図 8-(a), (c)は流体力が最大, 最小値での渦度場である。振り下げ過程では, 翅前縁から剥離した渦が翅上面に配置している様子がわかる。振り上げ過程前半では, 翅と渦が水平方向に並ぶように配置していることがわかる。振り上げ過程では, 新たな渦の発生は確認できなかった。このような渦の分布は, トンボの場合の流れ場とほぼ同じである。特に振り下げ過程では, トンボと同じように, 翼上面にはく離渦が存在し, この渦の負圧が揚力を発生させている。

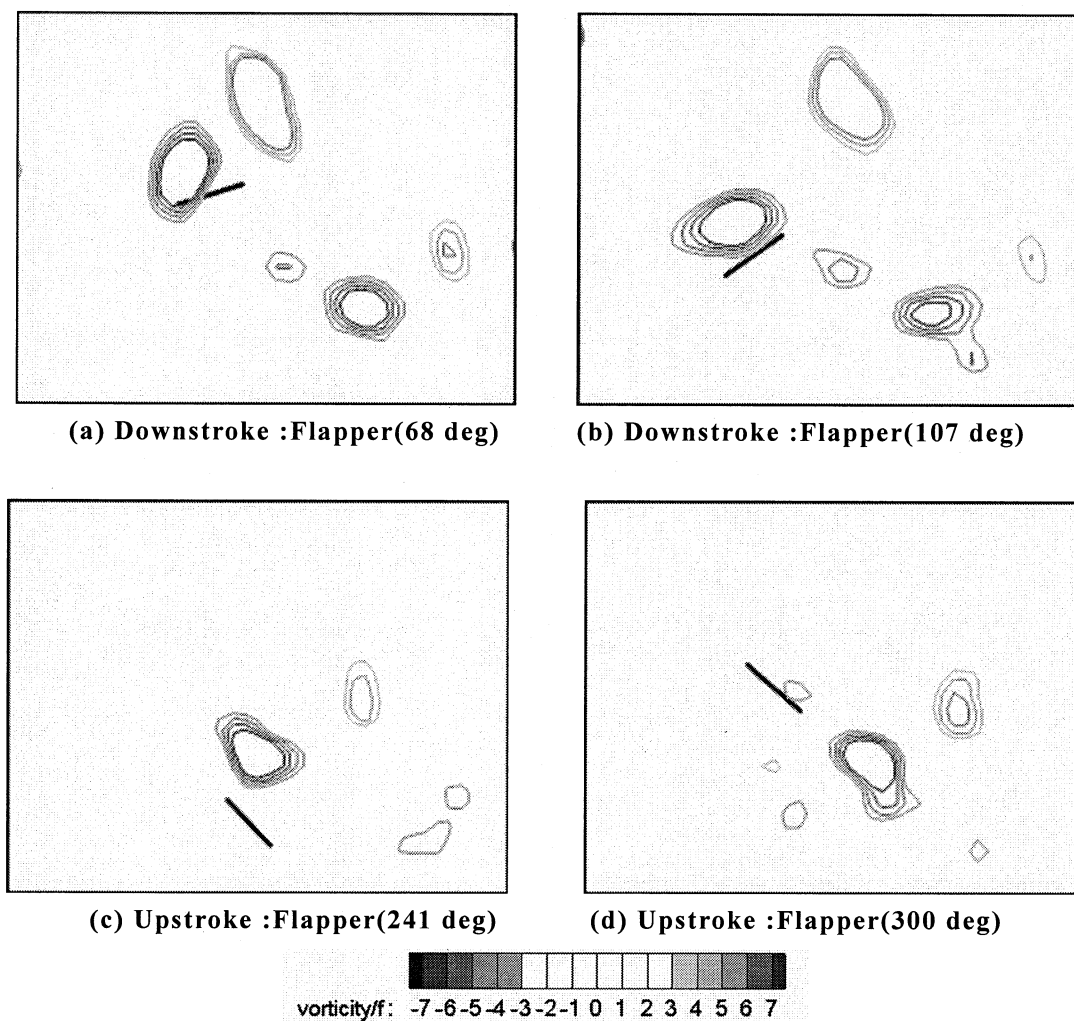


Fig. 8 Vortex structures around a flapping wing

図 9 に羽ばたき機構が発生させる流体力 F_v と羽ばたき周波数 f の関係を示す。計測結果から, 流体力が羽ばたき周波数の二乗に比例していることがわかる。羽ばたき周波数 26 Hz の場合, 自重 W の約 0.2 倍の流体力を発生させていることがわかった。したがって, 羽ばたき機構(重量: 0.7 g)を浮上させるのに必要な羽ばたき周波数は 57.7 Hz と考えられる。トンボのような翼二対型の場合, 自重が変わらないとすると, 飛行に必要な羽ばたき周波数は 40.8 Hz である。

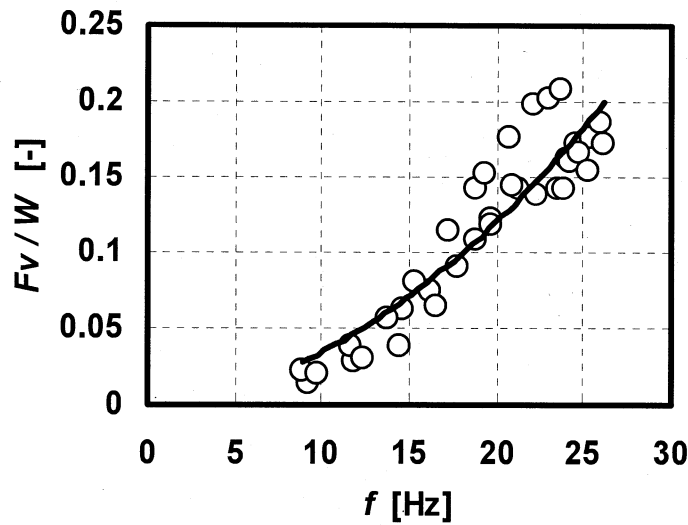


Fig. 9 Relationship between aerodynamic force and flapping

羽ばたき機構を用いた実験から，羽ばたき運動によって飛翔させるためには，羽ばたき周波数を 60Hz 程度にする必要がある．しかし，小型モータでは高い周波数で羽ばたき運動を行わせることが難しいことから，図 10 に示すような前翅と後翅の二対の翅を持った羽ばたき機構を開発した．羽ばたき機構の基本的な構造は翼一対型の羽ばたき機構と同様であり，クランクの折り曲げ箇所を 2 箇所にするることにより，翼二対型とした．羽ばたき機構を製作した．

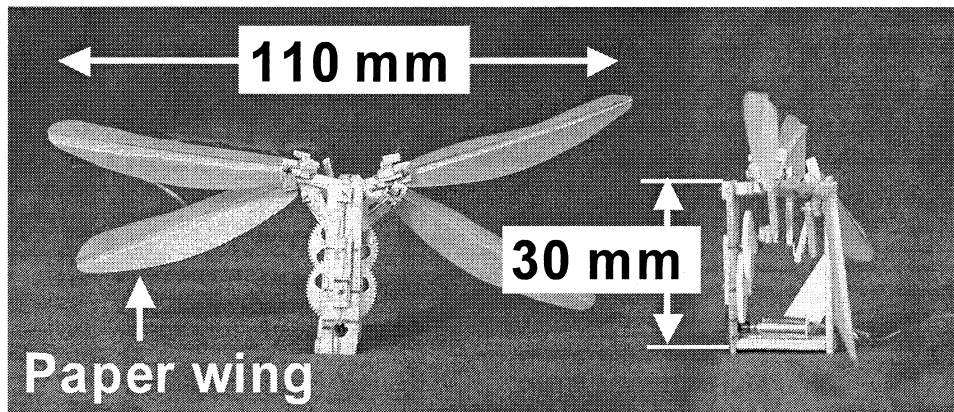


Fig. 10 Picture of mechanical flapper (Two pair wings)

図 11 に翼二対型の羽ばたき機構の流体力 F_v と羽ばたき周波数 f の関係を示す．

最大流体力は，羽ばたき周波数 37.6 Hz で自重 (0.9 g) の 0.68 倍であった．翼一対の場合に比べて 4 倍以上の流体力を発生させることが可能となった．この流体力はトンボの自重の 2 倍に相当する．羽ばたき周波数がトンボの羽ばたき周波数と等しい 30Hz の場合は，ほぼトンボの自重に相当する流体力を発生させることができることを確認した．このことから，開発した羽ばたき機構は，トンボの運動を模擬できているものと考えられる．

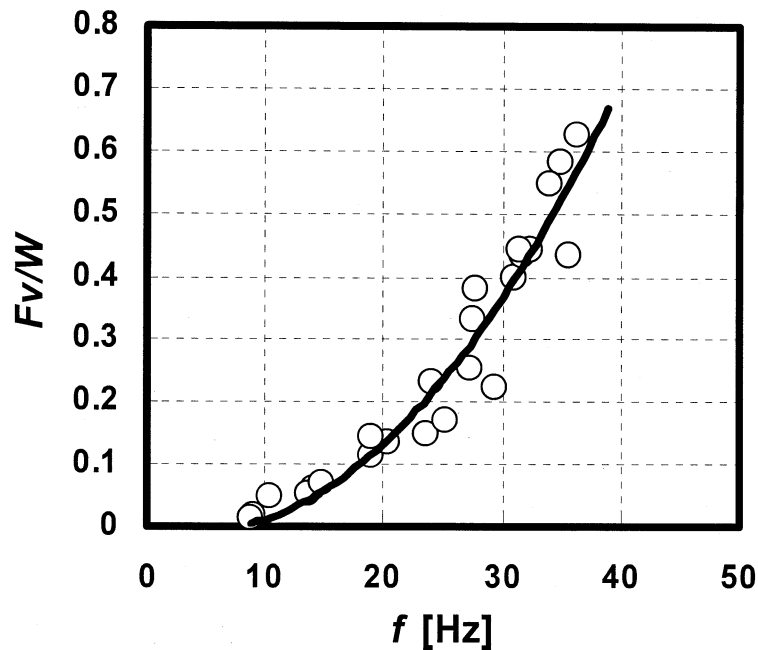


Fig. 11 Relationship between aerodynamic force and flapping frequency

4. 結言

トンボの飛翔メカニズム解明のため、トンボが発生する非定常流体力と翅まわりの流れ構造解析、羽ばたき型MAVの試作を行い、以下の知見を得た。

- (1) トンボは翅二対で自重の 1.37 倍、前後翅いずれか一对の場合、自重の約 0.56 倍の力を鉛直方向に発生させている。
- (2) 鉛直方向および水平方向に発生する流体力の合力を解析した結果、前後翅で自重の約 0.63 倍であり、推進角度は水平面から約 52 deg~61 deg であり、前後翅で大きな違いは見られない。
- (3) トンボのまわりの渦構造を定量的に可視化した。また渦について解析を行った結果、渦と翅の距離が最も近く、渦の直径が翼弦長以内の強い渦度の場合、発生する力が最大になることがわかった。
- (4) MEMS 技術を用いることにより従来よりも翼の重さを 40% 軽減することができる。
- (5) 羽ばたき機構が発生させる流体力は、羽ばたき周波数の二乗に比例する。開発した羽ばたき機構を浮上させるには、羽ばたき周波数を 40.8 Hz にすれば良いことがわかった。
- (6) 翼二対型羽ばたき機構は、37.6 Hz で 0.68 自重 (0.9 g) の流体力を発生させていることがわかった。翼二対型の羽ばたき機構が発生させる流体力は、翼一对型の約 4 倍であった。
- (7) 翼二対型羽ばたき機構は、トンボを浮上させるのに十分な流体力を発生させていることを確認した。

参考文献

- (1) Joel M. Grasmeyer, Matthew T. Keennon, Development of the Black Widow Micro Air Vehicle, *FIXED AND FLAPPING WING AERODYNAMICS FOR MICRO AIR VEHICLE*

APPLICATIONS, Amer Inst of Aeronautics, Vol.195, (2001), pp.519-535.

- (2) Akira Azuma, Masato Okamoto, Kunio Yasuda, Aerodynamic Characteristics of Wings at Low Reynolds Number, *FIXED AND FLAPPING WING AERODYNAMICS FOR MICRO AIR VEHICLE APPLICATIONS*, Amer Inst of Aeronautics, Vol.195, (2001), pp.341-398.
- (3) Adrian L. R. Thomas, *et. al.*, Dragonfly flight: free-flight and tethered flow visualizations reveal a diverse array of unsteady lift-generating mechanisms, controlled primarily via angle of attack, *The Journal of Experimental Biology*, Vol.207, (2004), pp.4299-4323.

本研究の主な成果

(a) 原著論文

- (1) 飯田 明由, 中村 瑞木, 治田 真一, 富川 昌義, 荻巢 宏幸, 水野 明哲, 飛翔昆虫の非定常流体力と流れの相関解析, 日本機械学会論文集 B 編 73 732, 1781-1789, 2007 年 9 月
- (2) Mizuki Nakamura, Akiyoshi Iida, Akisato Mizuno, Visualization of Three-dimensional Vortex Structures around a Dragonfly with Dynamic PIV, *Journal of Visualization*, 10 2 159-160, 2007 年 4 月

(b) 国際会議論文

- (1) Mizuki Nakamura, Shinichi Jida, Masashi Fukawa, Akiyoshi Iida, Visualization of Flow around a Dragonfly with Dynamic PIV, *Proceedings of ISFV12*, CD-ROM, 2006 年
- (2) Keiko Fukudome, Masashi Watanabe, Akiyoshi Iida, Akisato Mizuno, Separation Control of High Angle of Attack Airfoil for Vertical Axis Wind Turbines, *The 6th KSME-JSME Thermal and Fluids Engineering Conference*, CD-ROM, 2005 年
- (3) Mizuki Nakamura, Shinichi Jida, Akiyoshi Iida, Akisato Mizuno, Akihisa Konno, Correlation Between Vortex Structures and Aerodynamic Force of Insect's Flight, *The 6th KSME-JSME Thermal and Fluids Engineering Conference*, CD-ROM, 2005 年
- (4) Akiyoshi Iida, Mizuki Nakamura, Shinichi Jida, Masayoshi Fukawa, Measurement of vortex structures of flow around a dragonfly, *Proceedings of the 3rd International Conference on Vortex Flows and Vortex Models*, 2005 年

(c) 国内学会発表

- (1) 荻巢 宏幸, 富川 昌義, 小原 政文, 飯田 明由, 羽ばたき型 MAV の流体力計測, 第 85 期 日本機械学会流体力学部門 講演会, 2007 年 11 月 3
- (2) 富川 昌義, 荻巢 宏幸, 小原 政文, 飯田 明由, トンボのまわりの 3 次元渦構造と流体力の相関解析, 第 85 期 日本機械学会流体力学部門 講演会, 2007 年 11 月 【日本機械学会流体力学部門講演会 優秀講演賞】
- (3) 荻巢 宏幸, 中村 瑞木, 富川 昌義, 飯田 明由, 羽ばたき型 MAV 周りの流れ場の可視化, 第 35 回可視化情報シンポジウム, 2007 年 7 月
- (4) 荻巢 宏幸, 中村 瑞木, 飯田 明由, MEMS 技術を用いた羽ばたき型 MAV の開発
- (5) 【Best Presentation Award 受賞】 日本機械学会関東学生会第 46 回学生員卒業研究発表講演会, 2007 年 3 月 15 日
- (6) 富川 昌義, 中村 瑞木, 荻巢 宏幸, 飯田 明由, 水野 明哲, 羽ばたき翼によって発生する非定常流体力の計測, 日本機械学会年次大会 2006, 2006 年
- (7) 富川 昌義, 中村 瑞木, 荻巢 宏幸, 飯田 明由, 飛翔昆虫まわりの渦度場の可視化, 第 34 回可視化情報シンポジウム, 2006 年 7 月
- (8) 富川 昌義, 中村 瑞木, 荻巢 宏幸, 飯田 明由, 飛翔昆虫まわりの渦度場の可視化, 第 34 回可視化情報シンポジウム, 2006 年 7 月 25 日

大テーマVI マイクロシステム統合化技術

VI-3 微小物体の運動およびマイクロスケール機構の製作に関する研究

機械システム工学科 小林 光男

機械システム工学科 鈴木 健司

東京工業高等専門学校 機械工学科 福田 勝己

マイクロ機構の可動部においては、スケールの効果により、マクロの機械要素では無視できるような静電気力、表面張力、ファンデルワールス力など表面間に働く力の影響が大きくなる。これらの力は機械要素間の吸着、摩擦、摩耗の発生要因となり、マイクロ機構の運動の妨げになる場合が多い。このため、マイクロ機構の設計においてはこれらの力を低減するための工夫が必要となる。しかし、一方でこれらの力をうまく利用すれば、従来にはない新しいマイクロ機構を開発できる可能性がある。そこで本テーマでは、マイクロスケールの摩擦特性を明らかにするとともに、しゅう動部を持たないマイクロ可動機構、および表面間力を利用したマイクロ機構の開発を行った。

6.3.1 マイクロ摩擦

1. はじめに

近年のナノテクノロジーの発展に伴って、従来にはない極微小な表面領域の機械的な強度特性^{1,2)}や微細な複合組織の力学特性³⁾を詳細に把握することが非常に重要な課題となっている。特に、表面やしゅう動面に薄膜を形成して高強度化を図ることも多い。この強度評価の方法の一つにマイクロ摩擦試験（スクラッチ摩擦試験）があり、比較的簡易な方法として多く用いられている。ここでは、ダイヤモンドとガラスウエーハとの摩擦から、マイクロスケールにおける摩擦特性を明らかにする。また、今後の展望についても述べる。

2. 実験

2.1 マイクロ摩擦試験⁴⁾（スクラッチ摩擦試験）

成膜した膜が基材にどの程度密着しているか（密着強さ）どうか、引っ掻き力に対してはどうか、せん断強さはどの程度か等を調べる方法として、触針（ダイヤモンドやサファイヤ等）で薄膜表面を引っ掻いて摩擦力、摩擦痕、破壊によって発生する微小音（アコースティックエミッション：AE）等を測定・評価するマイクロ摩擦試験と呼ばれる方法である。この方法には、1) 一定の押付け荷重で膜表面を引っ掻き、その時の摩擦力や摩擦痕の幅等を測定する 2) 押付け荷重を連続的に増加させながら、膜の損傷する様子や剥離する荷重を測定する 等がある。なお本研究では、後述する新たな試験装置を製作し、上述の1)の方法によって、微小なしゅう動部の摩擦機構を解明するために、摩擦現象をよりミクロな視点から捉え、そのしゅう動特性を明らかにする。

2.2 マイクロ摩擦試験装置および試験方法⁴⁾

Fig. 1 に、本測定に用いた試験装置の概観を示す。本装置は、X 軸、Y 軸、Z 軸の各テーブルから構成されているしゅう動部と、モータ、変速機から構成される駆動部とに分けられる。試験は、より高精度な測定を確保するためにクリーンブース内において、外部からの振動によるノイズの影響を極力抑制できるように除振台の上に試験装置を設置した。試験は、X-Y-Z テーブル上に試料（ガラスウエーハ）を載せ、平行平板ばねに取り付けたダイヤモンド触針（先端曲率半径 $2\mu\text{m}$ ）を押し付け、ステージを

Y 軸方向に動かすことによって摩擦させる。X, Z 軸方向のステージは手動式であるが、Y 軸方向のステージは摩擦速度を一定に保つために電動式のものを使用した。なお本試験では、摩擦速度を 40, 120, 250 $\mu\text{m/s}$ で、押付け荷重を 8, 19, 36, 73, 140mN で実施した。

また、本試験で用いた平行平板板ばねの変位測定用のプローブは、より高精度で測定するために各軸方向にそれぞれ微小調整可能であり、摩擦力および押付け荷重の同時測定が可能である。

2.3 平行平板板ばね^{4) 5)}

平行平板板ばねは、ジュラルミンのブロックより一体型で製作し、押付け荷重測定用と摩擦力測定用に 2 つの板ばねを組み合わせるものを用いた。Fig. 2 に本試験で使用した平行平板板ばねを示す。なお、図中

の数字はばねの寸法で、単位は[mm]である。押付け荷重測定用のばね (ばね 1) と摩擦力測定用のばね (ばね 2) のばね定数は、ばねの先端に錘を取り付け、その時の変位を測定することによって求めた。また、ばねの変位測定には、押付け荷重測定用、摩擦力測定用ともに同形式の静電容量型変位計を用いた。

2.4 試料

本試験で用いた供試材は、石英ガラスウエーハである。試料表面の算術平均粗さ Ra は、0.0046 μm である。なお、本摩擦試験は、ガラスウエーハ表面を半導体洗浄液、純水の順に、各 10 分間超音波洗浄を行った面を実施した。

3. マイクロ摩擦試験結果

Fig. 3 に、摩擦係数と摩擦速度との関係を示す。これより、摩擦速度が変化しても摩擦係数はほとんど変化しないことが分かり、その時の摩擦係数 μ は、0.14 程度である。Fig. 4 に、摩擦係数と押付け荷重との関係を示す。これより、押付け荷重の増加に伴って、摩擦係数は増大する (単調関数) 傾向を示している。

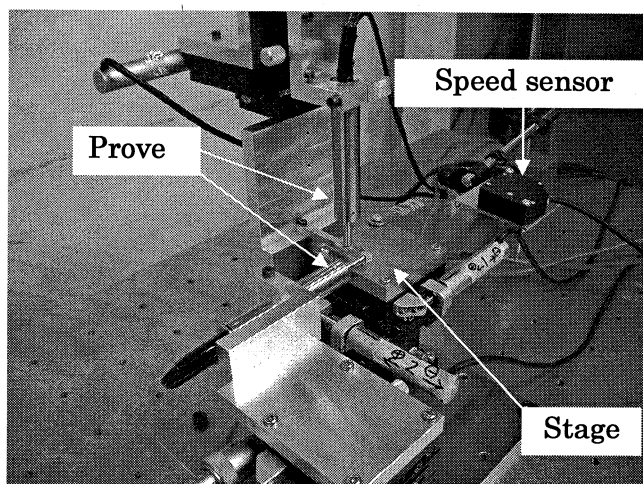


Fig.1 Measurement rig

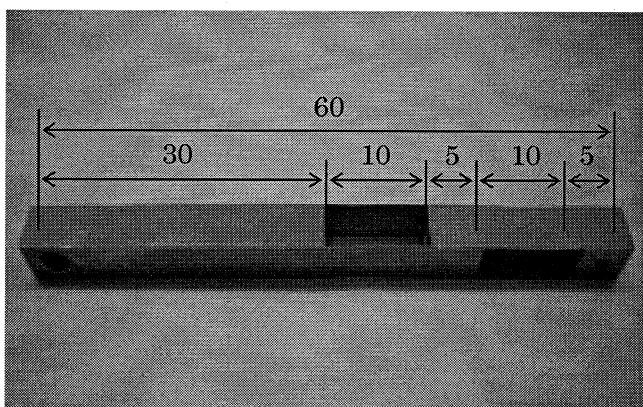


Fig.2 Parallel leaf spring

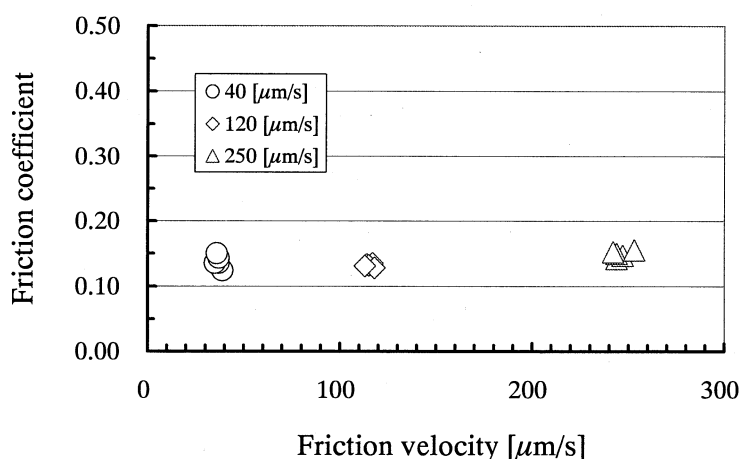


Fig.3 Relationship between friction coefficient and friction velocity

4. SEM (走査型電子顕微鏡) 観察結果^{4) 5)}

Fig. 5, Fig. 6, Fig. 7に、摩擦後のガラスウエーハ表面のSEM観察写真を示す。Fig. 5は押付け荷重が40mN、摩擦速度が40 μ m/sの場合、Fig. 6は押付け荷重が40mN、摩擦速度が250 μ m/sの場合、Fig. 7は押付け荷重が140mN、摩擦速度が120 μ m/sの場合である。これより、押付け荷重が40mNの場合には、摩擦速度が40 μ m/sから250 μ m/sに増加しても摩擦痕の状態はほとんど変化がないことが分かる。また、どちらの摩擦速度においても掘り起こしが観察されず、このことから本摩擦状態は、凝着が支配的な摩擦形態であると考えられる。これに対し

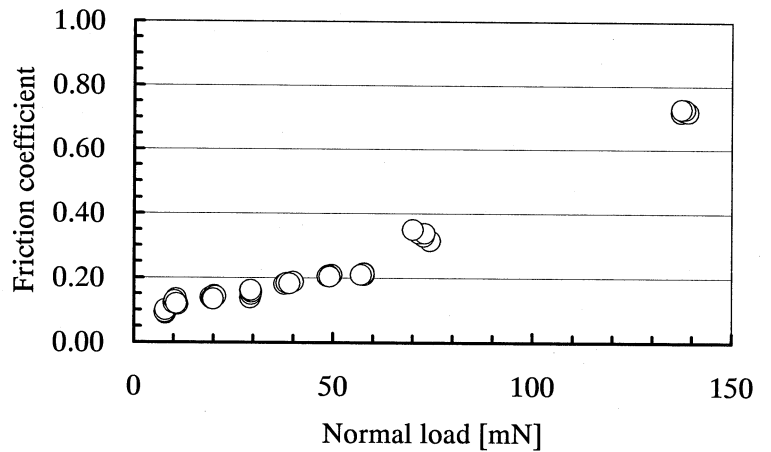


Fig.4 Relationship between friction coefficient and normal load

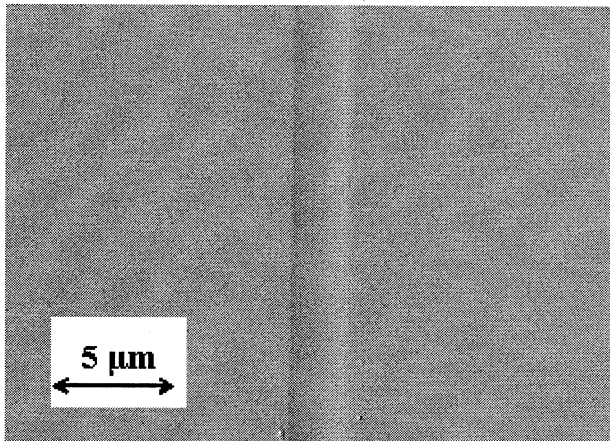


Fig.5 Photograph of glass wafer (40mN, 40 μ m/s)

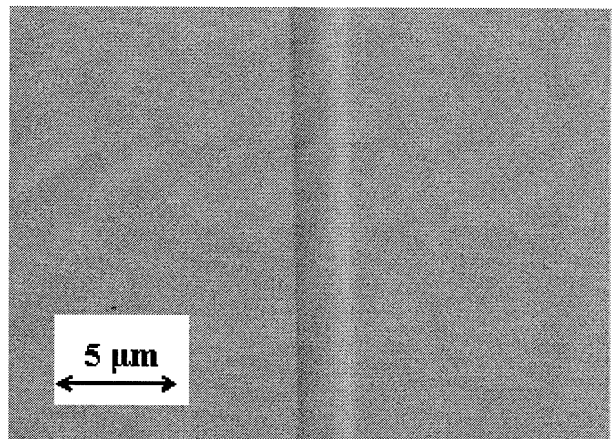


Fig.6 Photograph of glass wafer (40mN, 250 μ m/s)

て、押付け荷重が140mNの場合には、摩擦痕表面がへき開し、破壊していることから本摩擦状態は、掘り起こしが支配的な摩擦形態であると考えられる。

5. 今後の展開

マイクロマシンやナノテクノロジーの分野において、マイクロ領域における摩擦特性を明らかにすることは、今後より一層その重要性を増すものと考えられる。そのためにも、各種雰囲気下（具体的には、相対湿度や圧子先端曲率半径）におけるマイクロ摩擦特性を明らかにすることが必要である。

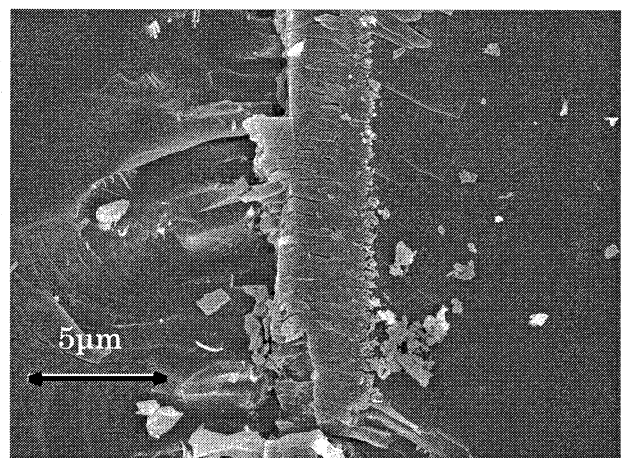


Fig.7 Photograph of glass wafer (140mN, 120 μ m/s)

6. おわりに

ガラスウエーハとダイヤモンド触針との摩擦によって、マイクロ領域における摩擦特性に及ぼす押付け荷重と摩擦速度の影響について実験的に明らかにした。新たに製作した試験機によって、安定した再現性のあるデータ測定が可能となり、その結果、新たな有用な結果を得た。マイクロ摩擦に関する諸現象には未解決な問題が多く、今後の実験データの蓄積が急がれるところである。

参考文献

- 1) 福田勝己, 小林光男, 鈴木健司: 薄膜のトライボロジー (評価法とマイクロ摩擦を中心に), 月刊トライボロジー, p. 25-p. 27 (2006. 2)
- 2) 福田勝己: 学位論文「超微小硬さ値に及ぼす表面粗さおよび圧子先端形状の影響」(東京大学) 2000.5.18
- 3) 大村孝仁: ナノインデンテーション技術による微細複相組織の力学特性解析: 実験力学, 5-1 (2005) 7
- 4) 福田勝己, 小林光男, 鈴木健司, 堤 博貴, 飯田貴大, 小澤直樹: 微小領域におけるトライボロジー特性評価 (第 1 報: 摩擦速度の影響). 日本機械学会 北陸信越支部 第 45 期総会・講演会 講演論文集 (2008. 3)
- 5) 福田勝己, 小林光男, 鈴木健司, 堤 博貴, 飯田貴大, 小澤直樹: 微小領域におけるトライボロジー特性評価 (第 2 報: 押付け荷重の影響). 日本機械学会 北陸信越支部 第 45 期総会・講演会 講演論文集 (2008. 3)

6.3.2 マイクロヒンジ機構

1. はじめに

近年、マイクロマシン、あるいは MEMS (Microelectromechanical Systems) と呼ばれる分野の研究が盛んに行われている。集積回路 (IC) の製造するための半導体加工プロセスを機械要素の加工に応用し、微小な構造や可動部品、センサ、制御回路などを集積化するものである。微小な機械を設計する際には、自然界の微小生物の構造が参考になる。昆虫は、地球上のあらゆる環境に適応し、陸地のほぼ全域にわたって生息している。昆虫の種の数は 100 万種以上と言われており、生物全体の種の 2/3 以上を占めている。昆虫の行動を調べてみると、単純な機構でありながら、空中を自由に飛びまわったり、壁や天井を歩行するなど、小さなサイズを生かした巧みな行動を行っている。本研究では、昆虫の骨格の可動部を参考にすることにより、材料の変形を利用したヒンジ機構の開発を行った。

2. ポリイミドを用いたマイクロヒンジ機構

小さな生物である昆虫が繁栄している理由の一つとして、体の外側が硬い表皮で覆われた「外骨格構造」であることが挙げられる。小さい昆虫では、体積に対する表面積の割合が増加するため、体内の水分の蒸発が問題となるが、外骨格で体を覆うことにより水分の蒸発を防ぎ、敵の攻撃や衝撃から身を守っている。また、翅の羽ばたきなどの高速な動作の実現にも、外骨格構造が大きな役割をはたしている。Fig. 8 は、トンボなどの胸部の断面を示している。翅の打ち上げ時には、翅に直接付いた筋肉ではなく、外骨格内を縦に走

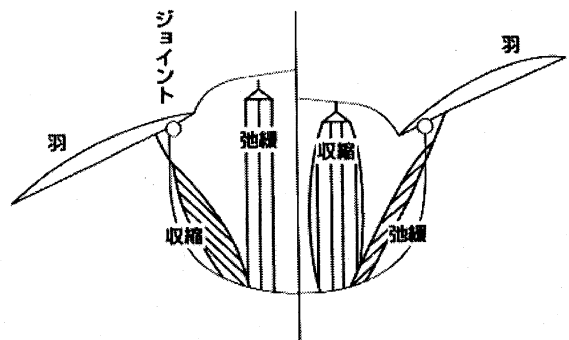


Fig. 8 Exoskeleton of insect thorax

る筋肉が収縮し、外骨格が変形することによって、結果的に翅の打ち上げが生じる⁶⁾。また、外骨格のジョイント部は、人間のような回転関節ではなく、柔らかい材料が変形するようになっており、摩擦のないスムーズな動作が実現されている。また、翅の羽ばたき周波数は、外骨格系の固有振動数に一致することが知られており、翅を効率よく振動させている。このような昆虫の外骨格構造を MEMS 技術により実現するために、Fig.9 のよう

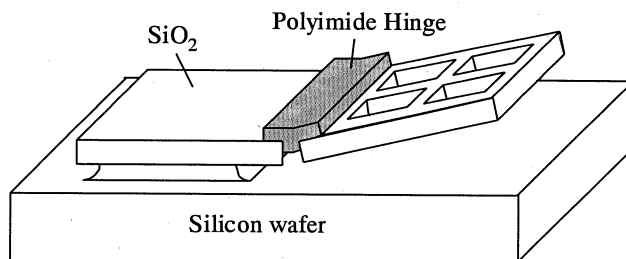


Fig. 9 Polyimide hinge mechanism

なヒンジ機構を開発した。酸化シリコンの平板を柔軟なポリイミドのヒンジで結合したものであり、平板の寸法は数百 μm のオーダーである。半導体加工技術は、本来基板表面の2次元的な加工を行う技術であり、立体的なマイクロ構造の加工が困難であった。そこで我々は、2次元のヒンジ機構を作成し、ヒンジを折り曲げることによって3次元構造を組み立て、さらにヒンジ部の変形により摩擦のない運動を実現させることを試みた。ヒンジ材料のポリイミドは HD マイクロシステム社の PIX-1400 を用いた。

3. ヒンジ機構の自動組み立て

マイクロスケールにおいては、複雑な機構を手動により組み立てるのは困難である。そこでヒンジ機構を自動的に屈曲させ、3次元機構を組み立てる手法を考案した。ポリイミドは、約500度の加熱により収縮する特性を持つ⁷⁾。ポリイミドのヒンジを加熱すると、Fig.10 に示すように平板によって下の面が拘束されているため、上面のみが大きく収縮し、ヒンジは上方

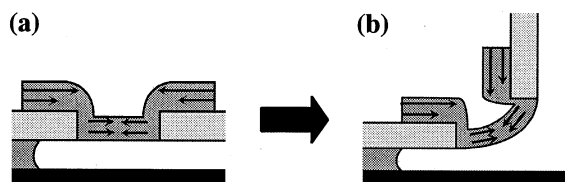


Fig. 10 Self-assembly of polyimide hinge

に屈曲する。加熱温度を500℃とし加熱時間を増加していくと、ヒンジの屈曲角度は徐々に増加することが確認された。またヒンジの屈曲は非可逆的に進行し、冷却後も屈曲が維持されることがわかった。以上の組み立て手法を用いて、一辺0.2mmの立方体を、Fig.11の展開図の状態から自動的に組み立てることに成功した。加熱条件は、500度で50分である。Fig.12にマイクロキューブのSEM写真を示す。1枚のウェーハ上に多数のマイクロキューブを同時に組み立てることに成功した⁸⁾。

組み立てられたヒンジ機構は、静電力、電磁力などを用いてヒンジ部を弾性変形により駆動できることを確認した^{9) 10)}。このことを利用すれば、マイクロマシンや昆虫型ロボットなどの可動部としてヒンジ機構を利用可能になると考えられる。

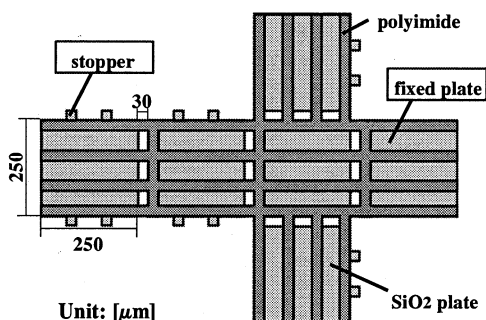


Fig. 11 Planar structure for micro cube

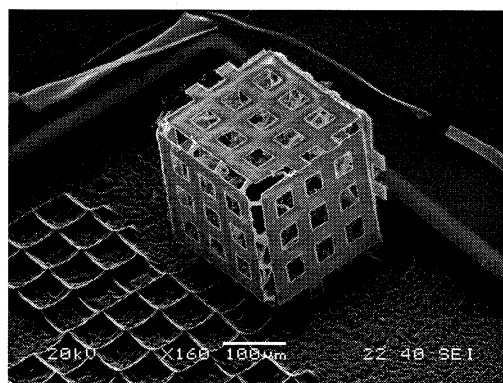


Fig. 12 SEM photograph of micro cube

6.3.3 液体の表面張力を利用した壁面付着機構

マイクロマシンでは、空気中の水分が構造の表面に凝縮することにより吸着が発生し、摩擦、摩耗が増大することが問題となっている。このため、マイクロマシンの設計では、吸着を抑えることが重要な課題となるが、その一方で表面の吸着力を積極的に利用することによって、マクロな構造にはない新たな機構を作り出すことも可能である。本研究では、表面張力を利用したアリの付着機構を規範として、付着性を有するパッドを製作し、パッドを足裏に装着した壁面歩行ロボットの製作を行った。

まず、アリの壁面への付着機構を調べるため、ア리를平滑なガラス面で歩行させ、裏側から脚先端の付着面を観察した。その結果、Fig.13 に示すように、付着の際に脚先端の2本の爪の間から柔軟な「付着パッド」を出してガラス面に密着させ、さらにそこから油のような液体を分泌している様子が観察された。このことから、アリの付着には、液体が関与していると考えられる^{11),12)}。また、テフロンのような撥水性の垂直面にはアリは付着できないことも確認された。一般に、2平面間に微量の液体が存在すると、表面張力の作用により「メニスカス力」が発生し、ガラスなどの親水面では引力、テフロンなどの撥水面では斥力が働く。アリは、このメニスカス引力を利用してガラス面などに付着していると考えられる。

Fig.14 は、アリの付着機構を規範としてMEMS技術により製作した人工の付着パッドである。製作プロセスをFig.15 に示す。付着パッドは二層に分けて製作し、1層目には液体を吐出するための直径0.1mmの多数の穴を形成し、2層目には流路を形成した。それぞれシリコンウェーハ上に厚膜フォトレジスト(SU8)を現像・露光して型をつくり、PDMSを流し込んで形状を転写した。2つの層を接着し、流路にチューブを接続することにより、チューブから供給した液体を表面の穴から出せるようにした。またPDMSの付着面を親水化するため酸素プラズマによる処理を行った。

製作した付着パッドを利用して、Fig.16 と Fig.17 に示す2種類の壁面付着ロボットを製作した¹³⁾。いずれも脚の先端に付着パッドを取り付け、チューブは足の内側を通して上部から液体を供給できるようにした。Fig.16 のロボットは、脚を駆動するアクチュエータとして形状記憶合金(SMA)を用い、復元力を得るためにばねを用いた。SMAに電流を流すと、加熱により収縮し脚が持ち上がり、電流を切ると形状記憶合金が冷却され、ばねの復元力により脚が着地する。脚を上げる際には、脚の後ろ側に電流を流し、付着パッドのかかと側から徐々に引き離すことにより、比較的弱い力で引き離すことが可能である。電流を制御することにより、壁面に付着しながら脚を3本ずつ交互に上げる動作に成功した。また、Fig.17 のロボットは、1個のDCモータとレバー・クランク機構により交互三脚歩行が可能である。マイクロポンプを用いてパッドに水を常時供給できるようにした。ロボットの動作実験を行い、水平面上での歩行と、壁面への付着を確認した。壁面上での歩行は今後の課題である。

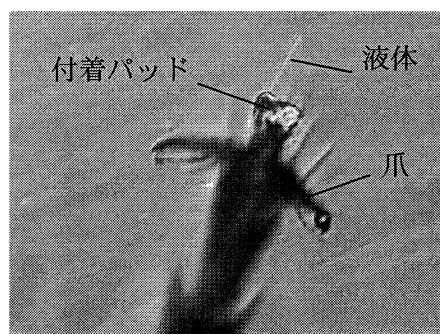


Fig.13 Adhesive pad of ant

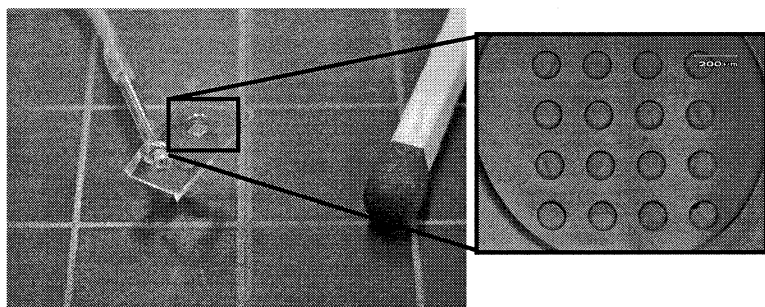


Fig.14 Adhesive pad fabricated with MEMS technology

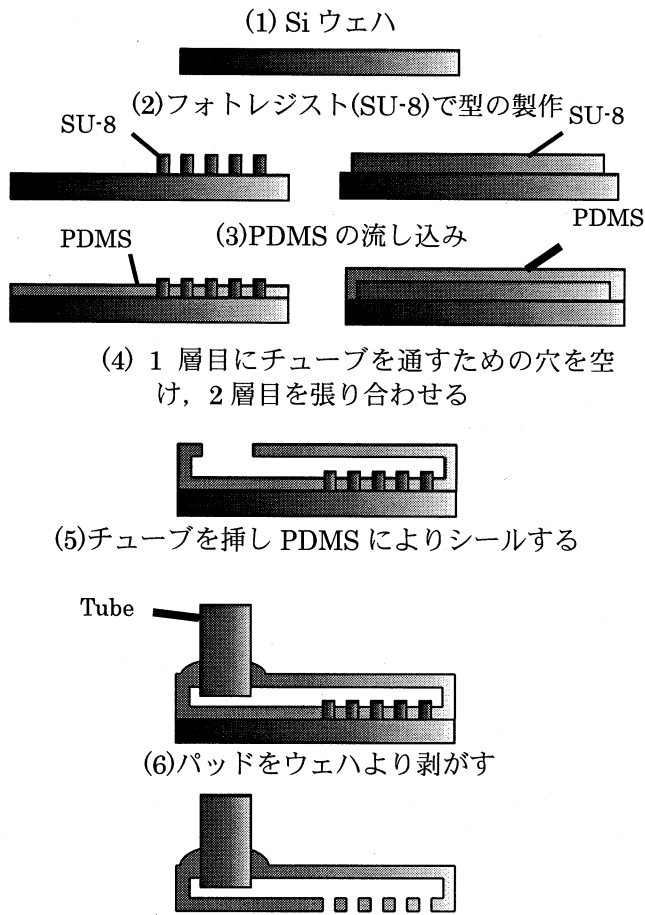
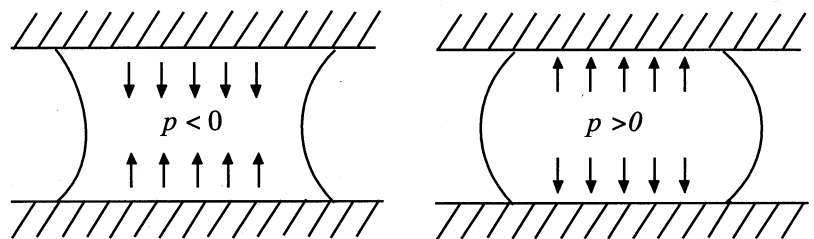


Fig.15 Fabrication process

6.3.4 液滴による微小物体のアクチュエーション

1. はじめに

6.3.3 でも述べたように、マイクロ機構では、空気中の水分が構造の表面に凝縮することにより吸着力が発生し、摩擦、摩耗が増大することが問題となっている。2平面間に液滴が存在するとき、平面が親水性である場合は、Fig.18 (a)のように液滴は凹面形状となり、表面張力の作用により液滴内部に負圧が発生し、吸着力が生じる。一方、2平面が撥水性である場合には、Fig.18 (b)のように液滴は凸面形状となり内部に正圧が生じる。このため、2平面間には斥力が発生し、垂直荷重を支持することができる。近年、このメニスカス斥力を積極的に利用して微小物体の摩擦や摩耗の低減¹⁴⁾、液滴の輸送¹⁵⁾などを行う技術が盛んに研究されるようになった。本研究ではこれらの背景から、撥水表面上の液滴の上に微小物体を支持し、かつその液滴を輸送することにより物体を駆動する研究をおこなった。液滴を輸送する技術としてマイクロ化学チップなどに多用されている EWOD (Electro Wetting On Dielectric) を利用した。EWOD によ



(a) Hydrophilic surface (b) Hydrophobic surface
Fig. 18 Liquid droplet confined between two surfaces

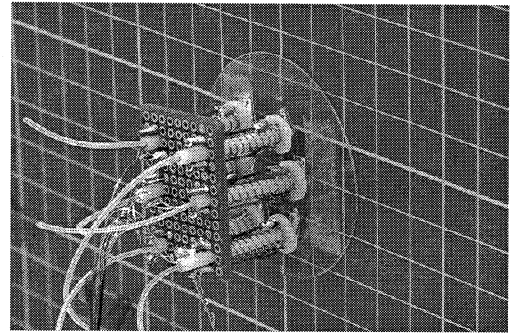


Fig.16 Adhesive robot using SMA

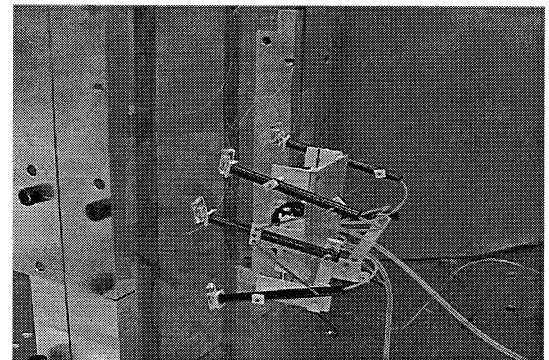


Fig.17 Adhesive robot using lever-crank mechanism

る液滴輸送の原理を Fig.19 に示す. シリコン, ガラスの基板の上に絶縁層に挟まれた複数の電極を製作し, その上に撥水性の膜を形成する. 電極間に電圧を引加すると, 電位の高い側の表面の濡れ性が増加し, 液滴が移動する.

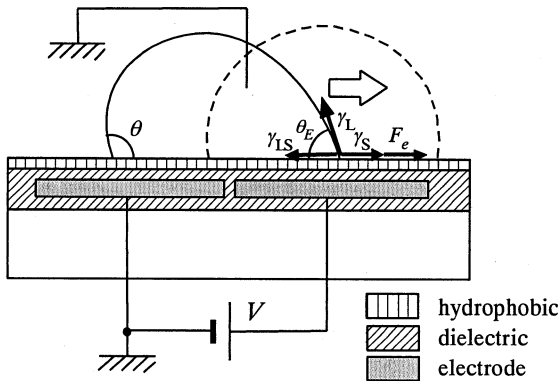


Fig. 19 Principle of EWOD

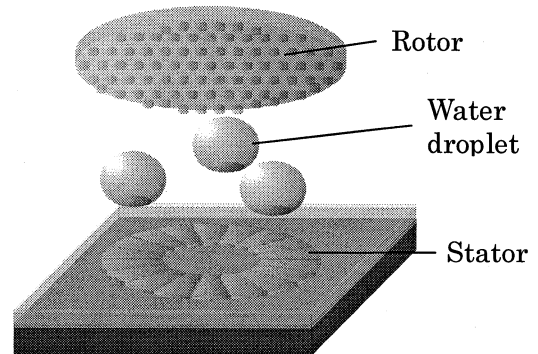


Fig.20 Micromotor

2. マイクロアクチュエータの製作¹⁶⁾

EWOD による水滴移動と, メニスカスカによる物体支持を組み合わせるマイクロモータを製作した. Fig.20 にモータの構成を示す. 18 個の電極を円形に並び, 撥水膜をコーティングした基板の上に, 3 個の水滴を置き, 直径 5mm の PDMS 製ロータを水滴上に載せる. 電極の外径は 4.5mm, 内径は 2mm 電極間のギャップは $50\mu\text{m}$ である.

ステータの製作プロセスは, まず Si 基板上に絶縁層である SiO_2 (膜厚 $2\mu\text{m}$) をスパッタリングにより形成し, その上にクロム (膜厚 300nm) を成膜し, 電極をパターニングする. その上にさらに SiO_2 (膜厚 $1\mu\text{m}$) をスパッタリングする. 最後に撥水膜の Teflon AF をスピコートした. ロータは, 撥水性を高めるために細かい凹凸をパターニングした PDMS (Polydimethylsiloxane) を用い, 直径 5mm の円形に切り取って使用した.

水滴輸送システムの構成を Fig.21 に示す. ファンクションジェネレータからの方形波をリングカウンタによって 6 相の信号に変換する. このときの信号の様子を Fig.21 の Timing diagram に示す.

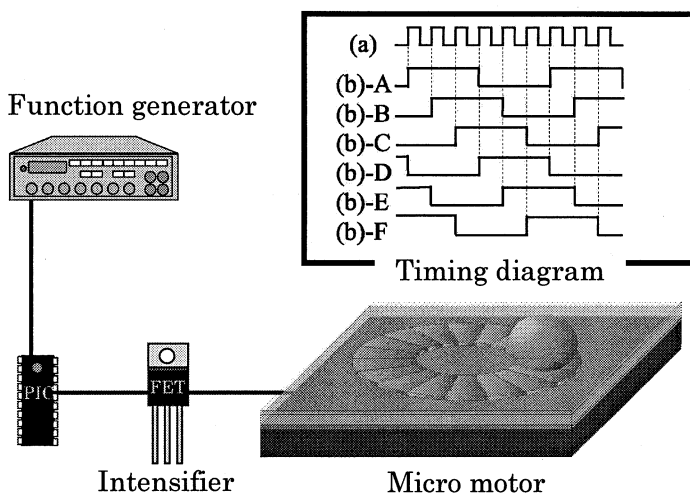


Fig.21 Experimental setup

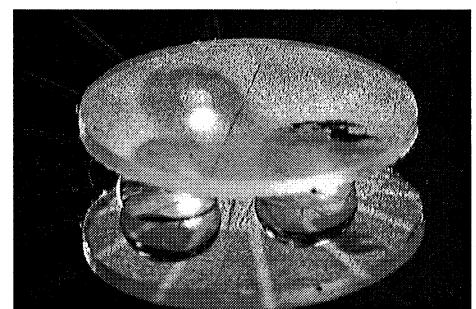


Fig. 22 Micromotor

リングカウンタからの信号を FET を用いたスイッチング回路で 100V に昇圧し電極に引加する。ステータは 3 分割されているため、18 個の電極を使用して 3 個の水滴を同時に輸送することができる。このステータを用いて水滴 ($1\mu\text{L}$) を 0.11 m/s で輸送することができた。

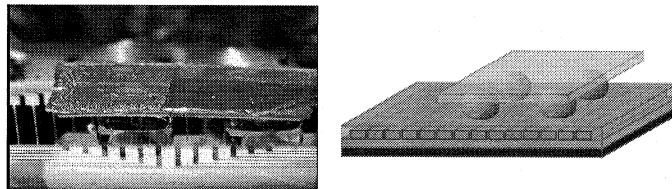


Fig. 23 Linear actuator

さらに、ステータ上の 3 個の水滴 ($1\mu\text{L}$) の上に PDMS を用いて製作したロータを載せ、マイクロモータの駆動実験を行った。マイクロモータの写真を Fig.22 に示す。質量 7.7mg 、直径 5mm のロータを載せた状態で、最大 320rpm (水滴速度 80mm/s) でマイクロモータを回転させることに成功した。

また、同様のシステムを用い Fig.23 のように直線上の物体搬送実験をおこなった。この実験では、4 個の水滴 ($4\mu\text{L}$) の上に PDMS を用いて製作した 7.5mm 四方、 20mg の搬送物を載せ、 8.25mm/s で物体を直線駆動することに成功した。

3. 今後の展望

水滴を利用した物体搬送は、バイオチップなどのマイクロデバイスの搬送、位置決め利用できる可能性がある。マイクロデバイスのマニピュレーションにおいては、静電気や水分による吸着、マニピュレータとの接触による損傷や汚染が問題となるが、水滴によりデバイスを裏面から支持し搬送することができればこれらの問題が解決される。また、水滴を用いた搬送では蒸発の問題も生じるが、エレクトロウエットングを利用して大きな水滴から一定量の微小水滴を生成する技術が開発されており¹⁷⁾、これを用いて水滴を生成、供給しながら物体搬送を行えば、蒸発の問題も解決される。このように撥水面と水滴の表面張力をうまく利用することにより、機械的な可動部がなく摩擦や吸着の問題を解消した新しいマイクロマニピュレーションシステムが実現されると考えられる。

参考文献

- 6) R. F. Chapman "The Insects, Structure and Function," Harvard University Press, 1982.
- 7) K. Naka, H. Nagase, M. Ichiyangi and S. Konishi: "Pyrolyzed-Polyimide for MEMS Application," Proceedings of the 21st Sensor Symposium, 2004, pp. 461-464.
- 8) Kenji Suzuki, Hideaki Yamada, Hirofumi Miura and Hideaki Takanobu, "Self-assembly of three dimensional micro mechanisms using thermal shrinkage of polyimide," Microsystem Technologies, Vol. 13, No. 8-10, 2007, pp.1047-1053.
- 9) K. Suzuki, I. Shimoyama and H. Miura: "Insect-Model Based Microrobot with Elastic Hinges," IEEE Journal of Microelectromechanical Systems, Vol. 3, No. 1, 1994, pp. 4-9.
- 10) Hideaki Yamada, Kenji Suzuki, Hirofumi Miura and Hideaki Takanobu, "Self-Assembly and Magnetic Actuation of Three Dimensional Micro Hinged Mechanisms," IEEJ Transactions on Sensors and Micromachines, 27, No4, 2007, pp.207-213.
- 11) Walter Federle, Mathis Riehle, Adam S.G. Curtis, Robert J. Full "An Integrative Study of Insect Adhesion: Mechanics and Wet Adhesion of Pretarsal Pads in Ants.," Integr. Comp. Biol., 42, 2002, pp.1100-1106.
- 12) 鈴木健司, "蟻の付着機構の研究," トライボロジー会議予稿集, 鳥取, 2004-11, pp.127-128.
- 13) 根元秀輔, 鈴木健司, 三浦宏文, 高信英明, "表面張力を利用した壁面歩行ロボットの研究," Proc. 2007 JSME Conference on Robotics and Mechatronics, 2007, 1P1-O05 (1)-(4).
- 14) 平塚健一, 黒沢仁彦, "微小荷重における水滴潤滑," トライボロジー会議予稿集, 2000, pp. 3-4
- 15) Christopher G. Cooney, et al., "Electrowetting droplet microfluidics on a single planar surface," Microfluidics and Nanofluidics, Vol. 2, No. 5, 2006, pp.435-446.
- 16) 梶原周, 鈴木健司, 三浦宏文, 高信英明, "液滴の表面張力を利用した微小物体のアクチュエーションに関する研究," 日本機械学会情報・知能・精密機器部門講演会(IIP2007)講演論文集, 東京, 2007/3/19-20, pp.29-32.
- 17) S. K. Cho, et al., "Creating, Transporting, Cutting, and Merging Liquid Droplets by Electrowetting-Based Actuation for Digital Microfluidic Circuits," Journal of MEMS, Vol.12, No.1,2003, pp.70-80.