

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研究成果まとめ

平成21年3月

工学院大学総合研究所

# 研究成果

<b>1. マイクロスケールの材料工学とトライボロジー</b>	
1. 1. マイクロスケールでの材料工学の概要	3
1. 2. マイクロスケールにおける材料試験方法と試験機の開発	5
1. 3. マイクロスケール材料特性	10
(1) マイクロサイズ材料の疲労特性	
(2) 単結晶シリコンの破壊靱性評価	
1. 4. 接合部の力学的特性と信頼性	16
1. 5. マイクロトライボロジー	20
<b>2. マイクロ加工技術</b>	
2. 1. マイクロ加工に特徴的な技術	25
2. 2. 半導体技術を応用したマイクロ加工技術	27
2. 3. 放電加工	31
2. 4. マイクロ/ナノ微細構造の形成	34
2. 5. 薄膜生成	38
2. 6. サブミクロン精度の3次元転写技術に関する研究	42
2. 7. 光造形	45
<b>3. マイクロスケールの計測・評価技術</b>	
3. 1. マイクロスケールの計測の特徴	51
3. 2. マイクロスケールの流れの計測	56
3. 3. マイクロスケール伝熱評価技術	
3. 4. マイクロスケールセンシング	60
<b>4. マイクロスケール熱流体のサイエンス</b>	
4. 1. マイクロスケール熱流体のサイエンス	65
4. 2. マイクロスケールにおける流体力学	66
4. 3. マイクロスケールの伝熱	69
4. 4. マイクロスケールの混相流	70
4. 5. マイクロスケールの相変化	71
4. 6. マイクロスケールの燃焼	73
4. 7. 物質移動	
4. 8. マイクロスケールの流体機械	74
4. 9. マイクロ熱機器	75
4.10. マイクロスケールの統計力学的手法, 分子動力学的手法および量子的手法	77
<b>5. マイクロ機械システム</b>	
5. 1. マイクロ機械システムの概要	81
5. 2. マイクロ機構の開発	87
5. 3. マイクロアクチュエータの開発	92
5. 4. マイクロロボットの開発	96
5. 5. マイクロ飛行体	
<b>6. マイクロ・バイオメカニクス</b>	
6. 1. マイクロ・バイオメカニクスの概要	105
6. 2. バイオマテリアルの細胞毒性	111
6. 3. ミミズのマイクロトライボロジー	114
6. 4. 幹細胞バイオメカニクス	117
6. 5. 循環器系バイオメカニクス	120



## 第1章 マイクロスケールの材料工学とトライボロジー



## 1.1. マイクロスケールでの材料工学の概要

立野昌義, 後藤芳樹, 小久保邦雄

### 1. はじめに

機械や構造物を構成する材料は、機械加工で製作および仕上げ加工が可能な棒、板、殻（かく）などである。それら構造要素や歯車などの機械要素を所定の動作が実現できるように組み合わせて、機械や構造体が設計・製造されている。

これらに定常的に作用する力、温度変化により生ずる熱応力あるいは衝撃力が作用しても材料および接合部が破損または破壊しないように形づくる必要がある。

上述における要求は、マイクロマシンに対しても適用される。そのため、微小なセンサ、アクチュエータおよびこれらの駆動制御回路により構成される微小な機械についての力学的信頼性を明らかにする必要がある。

本章では、まず設計の基礎、材料の寸法効果、およびマイクロマシン材料の特質や試験法について概略を述べる。

### 2. 設計の基礎

機械設計において、構造体およびそれを構成する材料に力が作用した際に材料に生ずる応力や変形などの力学的挙動を明らかにする必要がある。加工性や強度の観点から、機械には主に多結晶構造である金属や合金が多く用いられ、これらにおいては、強度や破壊メカニズムや信頼性に関する力学的結果が様々な環境において明らかにされている。

材料の力学的特性を評価する際の試験片の寸法は、材料内部の微視的組織(1~数十マイクロメートル程度)に対して十分大きな形状を有していると思なせるミリメートルから数十センチメートル程度となる。

材料試験用の試験片に作用する外力には、軸方向負荷荷重(引張、圧縮)、曲げおよびねじりなどを単独および複合的に負荷させる破壊試験や疲労試験により、柱、軸(シャフト)、および梁などの個々の要素やこれらを含んだ構造体の設計に必要な実験値を得ることが可能になる。これらの実験結果(応力-ひずみ曲線における降伏応力、引張強度、および弾性係数)に基づき、材料に発生する応力や変形(ひずみ)

が許容限界を超えないように、材料や構造体の寸法・形状を決めることが可能となる。

さらに、機械や構造体が所定期間壊れず、破壊や破損により自然環境や社会生活に悪影響を及ぼさないように修理や点検などの保守が必要となる。機械や構造物の損傷や破壊事故の原因の多くが材料の内なき裂や疲労に起因することから、破壊力学や疲労特性などの信頼性評価手法に基づいた設計手法が必要となる。

マイクロマシンの設計や信頼性技術を確立する上でも、材料の力学的信頼する技術や破壊力学的な観点からの設計手法を確立することが重要であると考えられる。

### 3. 材料の寸法効果

$10^{-2}$ ~ $10^2$  m 領域である従来の機械を構成する部品寸法は  $10^{-3}$ ~ $10^0$  m となる<sup>(1)</sup>。金属材料を対象とする限りでは材料内部における結晶粒径は 10~数 10  $\mu$  m 程度となる。これに対して、半導体技術を応用して製作可能なマイクロシステムや微小機械は  $10^{-4}$ ~ $10^{-6}$  m 領域<sup>(1)</sup>とされている。

すでにモジュール  $m=10 \mu$  m, ピッチ円直径  $D_p=120 \mu$  m となるマイクロ歯車の製造が紹介されている<sup>(2)</sup>。この要素の大きさは従来の機械材料における結晶粒数個~10 個分であり、材料によっては結晶粒径が機械の大きさに対して十分無視できるという巨視的な材料特性に基づいた信頼性評価が厳密には適用できないサイズとなる。

材料の微小化に伴う寸法効果は、電子デバイスの信頼性評価技術を開発する上でも無視できない。電子デバイスにおけるはんだ接合部は、はんだの濡れ性を利用した微細な接合技術である。そのため、溶融したはんだは、基板間の隙間にマイクロメートル領域の微小な接合部を形成する。このため、微小なはんだは急冷却組織となり、従来までの調質された材料試験データが材料設計に使用できなくなる。

また、これらとは別にはんだの接合部の形状は疲労寿命に大きな影響を与えることから、はんだ接合

部の力学的特性に及ぼす界面形状の影響を明らかにする必要がある。

材料が微小化し、その結晶粒径の大きさや形状のばらつきの影響が無視できなくなれば、従来のマクロ的な材料特性の観点に基づいた材料設計および評価手法とは異なる扱いが必要となる。

#### 4. 材料の強度特性評価

マイクロマシンに用いられる材料には、マイクロメートル領域の寸法を有する要素や材料において発揮される必要がある。現在、半導体プロセスおよび電子デバイスの製造技術が適用できる半導体材料および微細配線材料が微小材料として期待されている。

特に、半導体プロセスが適用できる単結晶シリコンは微小構造材料として活用されつつあり、直径 $100\mu\text{m}$ サイズの単結晶シリコン製歯車あるいは数 $\mu\text{m}\sim 50\mu\text{m}$ の厚さで長さが $200\mu\text{m}$ の片持ちばりを利用したセンサなどが開発されている。

これらのマイクロマシンに適用される材料に対しての力学的な信頼性や設計に必要な材料特性データを構築する必要がある。

本研究では上述の内容を踏まえ、微小材料を対象とした材料試験装置の開発とそれを用いた材料試験技術を開発した。あわせて、開発した試験技術に基づき微細配線材料の材料特性および単結晶シリコンを対象としたや微視的な力学的挙動を明らかにした。

さらに、接合部の力学的特性に及ぼす界面形状の影響を準微視的な観点から明らかにしたので、それぞれ1.2, 1.3, および1.4節において報告する。

#### 参考文献

- (1) 早乙女 康典, マイクロマシンのためのミクロな材料特性, 日本機械学会誌, Vol.103, No.984, p.727-728. (2000.11).
- (2) 林 輝監修, マイクロマシンと材料技術, ㈱シーエムシー, (1991).

## 1.2. マイクロスケールにおける材料試験方法と試験機の開発

立野昌義, 後藤芳樹, 小久保邦雄

### 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<sup>1) 2)</sup>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  $\mu\text{m}$ 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<sup>3) 4)</sup>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<sup>5)</sup>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  $\mu\text{m}$ 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  $\mu\text{m}/\text{s}$ 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の開発を開始した。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 $\mu$ 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 $\mu$ 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

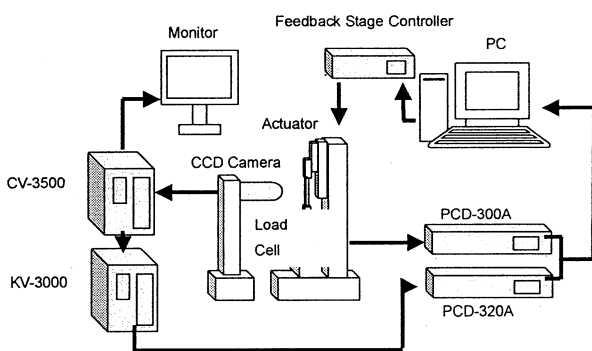


Fig.1 Schematic diagram of tensile test system

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 $\mu$ m $\sim$ 10 mm/sec の範囲で一定速度試験が可能であり、ストロークは

20 mm 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

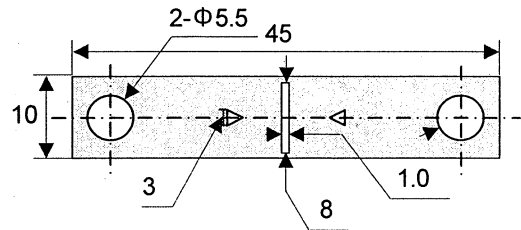


Fig.2 Dimension of Polypropylene tab

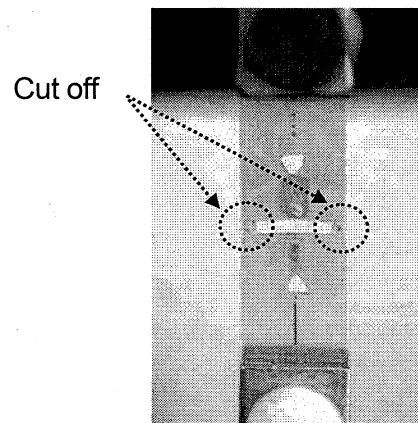


Fig.3 Cut off the side of tab

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 $\mu$ 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マイクロ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

#### 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 0.1 gf 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。

#### 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 1 mm 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.4 に示す。試験片のひずみは引張りに依存し、引張りに速度が小さいほど、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。

#### 引張試験の結論

1) 直径  $25\mu\text{m}$  のワイヤーボンディング用金線の荷

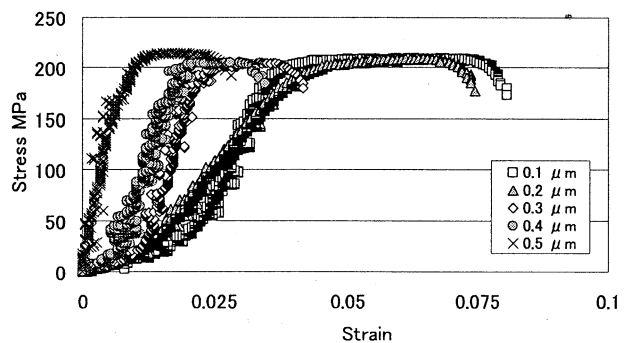


Fig.4 Stress-Strain diagram of gold wire

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。

##### 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、試験途中に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

###### 供試材料および試験片

供試材料は Kulicke & Soffa, Ltd. 製、直径 25  $\mu$ 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、

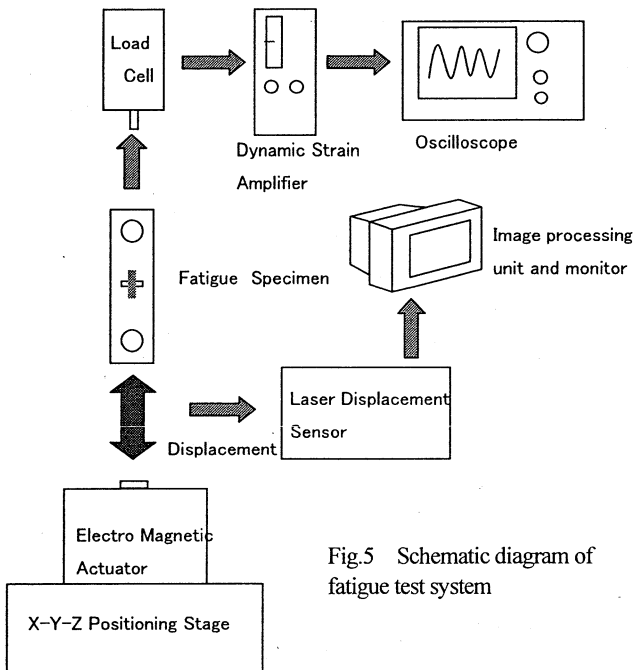


Fig.5 Schematic diagram of fatigue test system

試験に供した。

##### 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 7~10Hz 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により、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

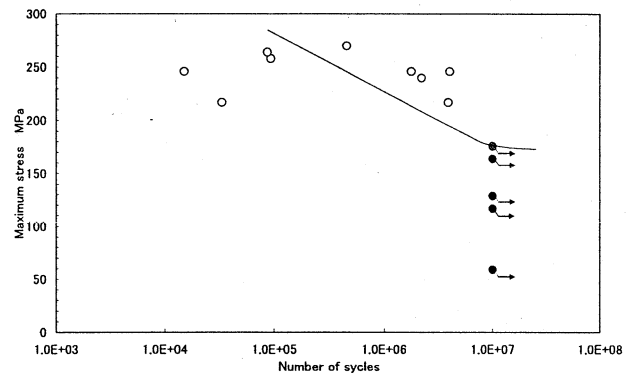


Fig.6 S-N curves of Al bonding wire

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。

### 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)

### 1.3. マイクロスケール材料特性

#### (1) マイクロサイズ材料(アルミニウムボンディングワイヤー)の疲労特性

後藤芳樹, 立野昌義, 小久保邦雄

##### 1. はじめに

近年, 電子機器の進歩にともない, 機器の小型化により, 集積回路の微細化・高密度化が進んでいる. 従来から IC チップとパッケージの接続にはボンディングワイヤーが使用されているが, 電子デバイスの信頼性の向上のためには, このような極細線の機械的性質を評価する必要がある. しかし, 現状では, このようなマイクロサイズ材料を評価するための標準的な試験方法は確立されていない. したがって, マイクロサイズ材料の機械的性質の信頼性の高いデータを得るためには試験方法の標準化が不可欠であ

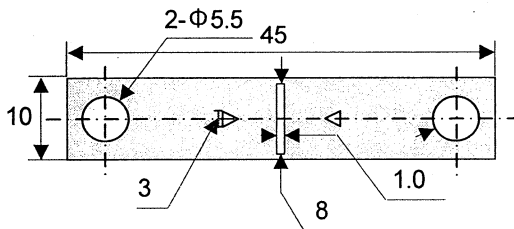


Fig.1 Dimension of Polypropylene tab

る. マイクロサイズ材料の引張試験については, これまでに研究が行われ<sup>1) 2)</sup>, プラスチックタブに試験片を接着して引張試験を行なう方法について報告されており<sup>3) ~5)</sup>, 我々もこの方法を採用して引張試験を行い, その有効性を報告した<sup>6)</sup>. しかし, 動的な疲労試験については, タブを用いることについての有効性については, ほとんど研究が行われていない.

そこで, 本研究では, 一定繰返し変位を負荷できる簡単な疲労試験機を製作し, 直径 25  $\mu\text{m}$  のアルミニウムボンディングワイヤーの繰返し荷重に対する疲労特性について検討した結果について報告する.

##### 2. 試験方法

###### 供試材料および試験片

供試材料には Kulicke&Soffa Ltd 製, 直径 25  $\mu\text{m}$  のワイヤーボンディング用アルミニウム線 (Al : 98.8 - 99.05%) を使用した. この Al 線を適当な長さに切断して試験片とし, Fig.1 のような形状のポリプロピレン製タブに瞬間接着剤で接着して取り付けた.

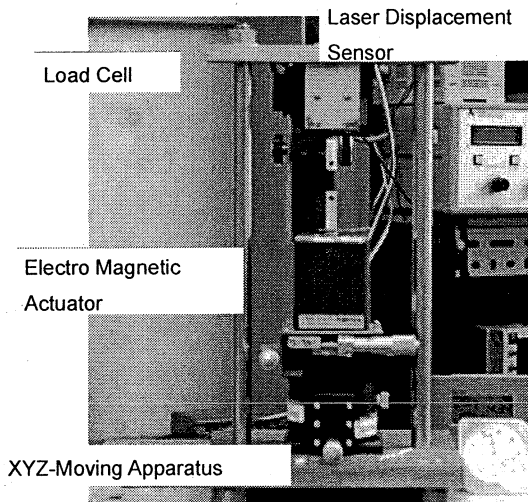


Fig.2 Fatigue tester

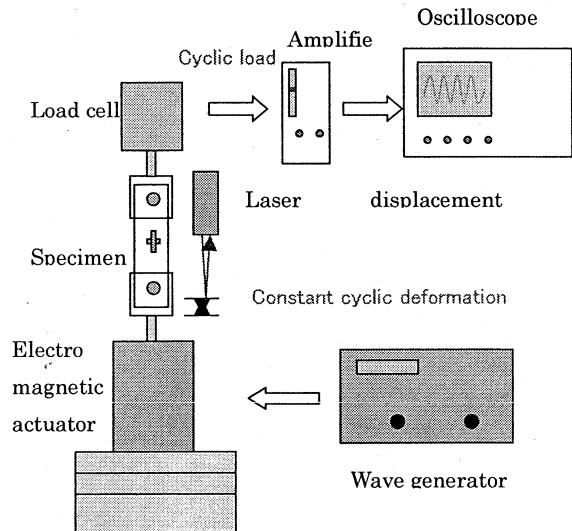


Fig. 3 Block diagram of fatigue testing system.

なお、このままでは試験片に荷重が加わらないので、試験の直前にタブの両サイドを加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で試験に供した。

### 疲労試験機

Fig.2 に示すような、簡単な疲労試験機を設計・製作した。アクチュエータは容量 9.8N の電磁式加振機（旭製作所製 WaveMaker01, 周波数 1.0~2000Hz）を用いた。加振変位はレーザー変位センサー（KEYENCE 製）で計測し、荷重は容量 500mN（共和電業製）のロードセルで測定した。

疲労試験は加振機で一定変位の正弦波を加え、片振り引張りの繰返し荷重を加えた試験を行った。疲労試験システムを Fig.3 に示す。

### 3. 実験結果および考察

疲労試験の結果、縦軸に繰返し最大応力、横軸に破断繰返し数を取り、S-N 曲線を表すと Fig.4 のようになる。試験データはバラツキが多い。これは、初期の試験データ（TEST A）に対し、加振機の出力を微調整可能に改良後のデータ（TEST B1, 接着部で剥離の起こったものを TEST B2）、接着剤を変更したものを TEST C として、全てのデータを示しているためである。この図から、直径 25 $\mu$ m のアルミニウムボンディングワイヤーの 10<sup>7</sup>回の疲労限度は最大

応力で 170MPa 付近にあると推定できる。また、繰返し最大応力  $\sigma_{max}=176$ MPa、破断繰返し数  $N=1.35 \times 10^4$  で破断した試験片の破断面を Fig.5 に示す。この破断面から、アルミニウムボンディングワイヤーは、破断部にくびれを生じており、右の略図に示すように、破面の A 部は滑らかな破面を示しており、疲労き裂が進展した部分であり、B 部は最終破断部分であることがわかる。つまり、この破面から、A 部は第一段階のすべり面分離により、き裂が進展し、第二段階のき裂進展がほとんどないまま、不安定破壊に到ったことが推定される。これは、試験片寸法が小さいため、第二段階のき裂伝播距離がきわめて短いものと推定される。また、繰返し最大応力  $\sigma_{max}=246$ MPa、破断繰返し数  $N=1.77 \times 10^6$  で破断した試験片は、疲労破面はほとんど見られず、ネッキングを起こして破断していることが観察された。このような、ネッキングによる破断は微小寸法材料において生じやすい<sup>6)</sup>といわれている。

### 4. まとめ

本疲労試験においては、温度の影響、試験片をタブに取り付ける際の接着の影響、試験片の伸びの補正の影響など、解決しなければならない問題が多くあるが、タブを用いることにより、マイクロサイズ材料の疲労試験が可能であることが分かった。

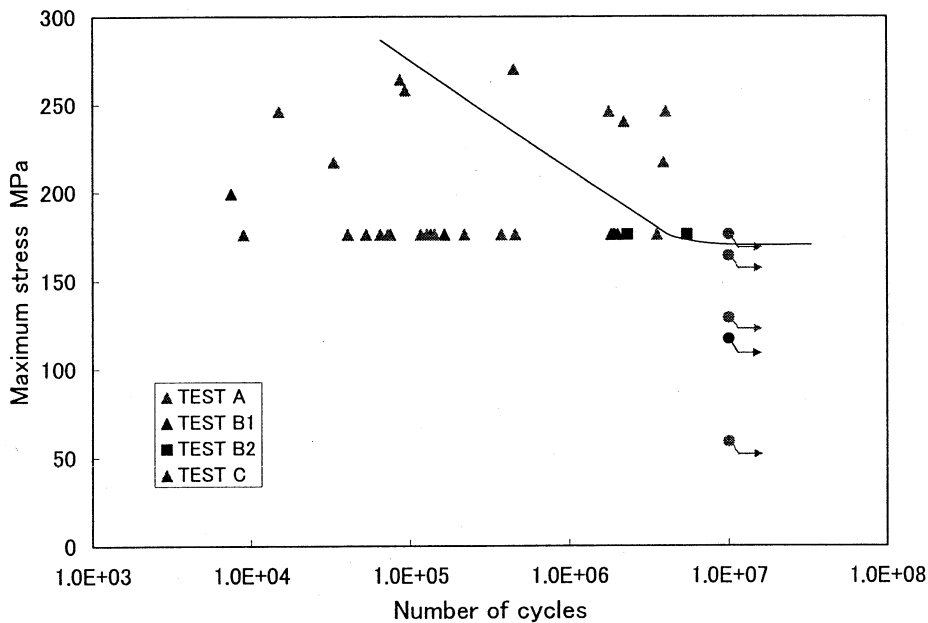


Fig. 4 S-N curve of Aluminum binding wire.

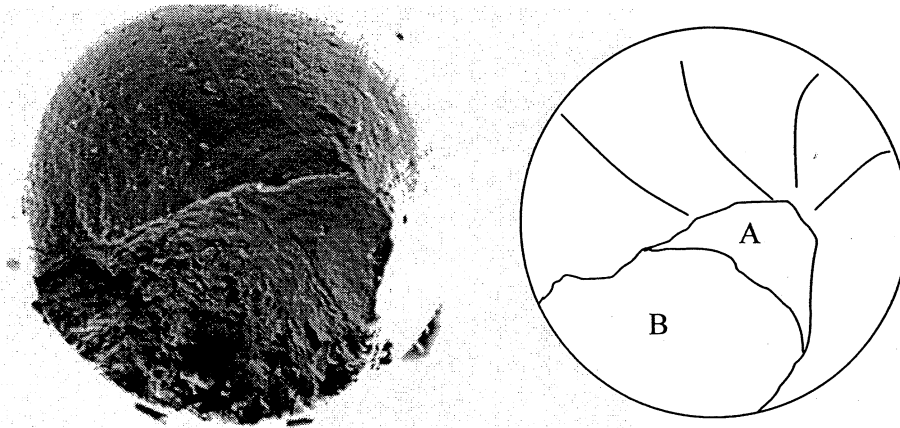


Fig. 5 Failure surface of Aluminum bonding wire  
 $(\sigma_{\max}=176\text{MPa}, N_f=1.35 \times 10^4)$

### 5. 今後の課題

今後、より精度の高い疲労試験が行なえるように、タブの加工方法の改良をはじめとして、タブの材質、試験環境など、寿命のバラツキに影響を与える要因について、ひとつひとつ検討し、試験方法や疲労試験機の改良を行なって行きたい。

### 引用文献

- 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)
- 6) 後藤, 新井, 宮坂, 立野, 小林, 小久保: 材料試験技術, Vol. 53, No. 1, pp. 38-42 (2008)
- 7) 中井, 橋本, 竹谷: 材料, Vol.54, No.3, pp.284-289(2005)

### 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)

### 1.3. マイクロスケール材料特性 (2)単結晶シリコンの破壊靱性評価

立野昌義, 後藤芳樹, 小久保邦雄

#### 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。

#### 2. 単結晶シリコンの破壊靱性評価

破壊靱性値は一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、負荷時間1s、圧子押し込み荷重 $P$ を $0.049 \leq P \leq 0.98N$ 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、Fig.1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。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

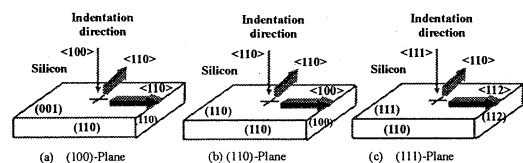


Fig.1 Indentation direction introduced by a Vickers indenter. Arrows in figure show radial crack and direction of loads applied for measuring fracture toughness.



で示している。

### 3. 実験結果

#### (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を Fig.2 に示す。実験回数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。

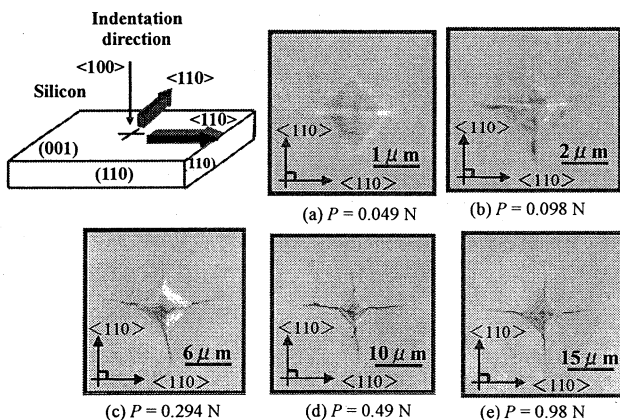


Fig.2 Indentation crack patterns on (100) of silicon introduced by a Vickers indenter. Arrows in figure show radial crack and direction of loads applied for measuring fracture toughness.

#### (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 Fig.3 に示す。図の直線部は、林ら<sup>(4)</sup> 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  $K_C$ <sup>(4)</sup> 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、さらにこれらを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。

これらの結果は各結晶面に関する限りにおいて、 $K_C$  の平均値には大きな差は認められなかった。

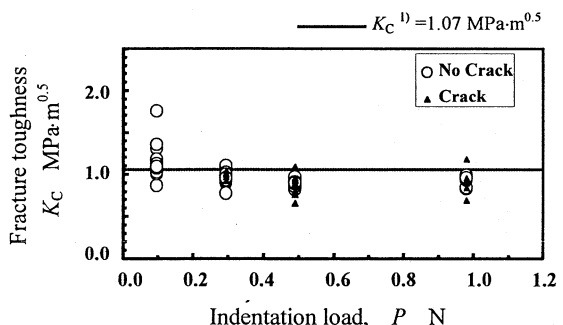


Fig.3 Effect of indentation load on fracture toughness(100)-Plane

ただし、主要面 (110) における  $K_C$  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。

### 単結晶シリコンの $K_C$ 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  $K_C$  を測定した従来の研究結果<sup>(4)</sup>から、バルク材における単結晶シリコンの  $K_C$  と破壊エネルギー  $\gamma$  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<sup>(4)</sup>。

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

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

この関係式を基にして、Fig. 4 には荷重条件毎に計測された  $K_C$  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  $K_C$  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 Fig. 5 に示す。

Fig. 5 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  $K_C$  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、 $K_C$  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、 $\lambda$  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  $K_C$  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. 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

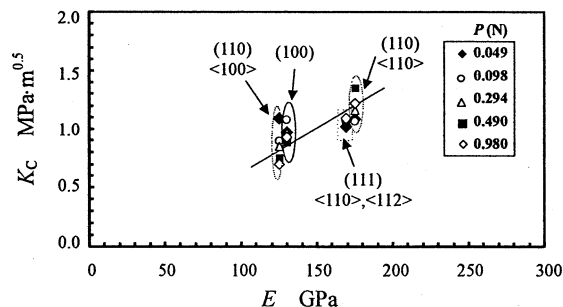


Fig.4 Relationship between Fracture toughness and Young's modulus

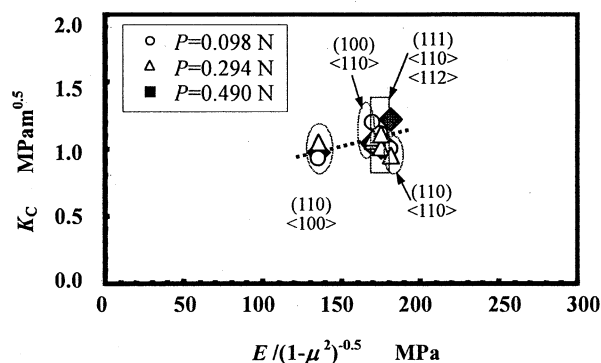


Fig. 5 Relationship between Fracture toughness and  $E/(1-\mu^2)^{0.5}$

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)

# 1.4. 接合部の力学的特性と信頼性 (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, 小久保邦雄

## 1. はじめに

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<sup>(1)(19)</sup>。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・製造する技術を確立するためには、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 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/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。

## 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 Fig.1 に示す半無限平面の異種材料接合体モデルを基礎に

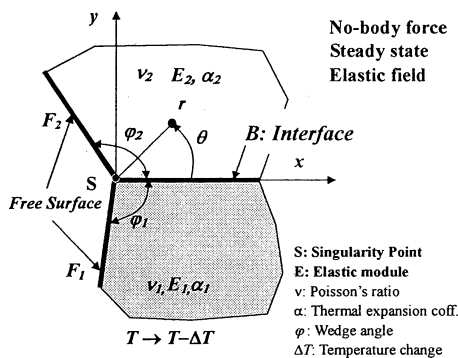


Fig.1 Model of bonded dissimilar materials

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<sup>(1)(2)</sup>。

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

ここで、 $p$  は界面上における変位の連続性の条件か

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

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

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  $\alpha, \beta$  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。

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<sup>(2)</sup>。式(4)の第一項目は根  $p_j$  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  $h = r\mathbf{r}, r\boldsymbol{\theta}, \boldsymbol{\theta}\boldsymbol{\theta}$  と定義している。

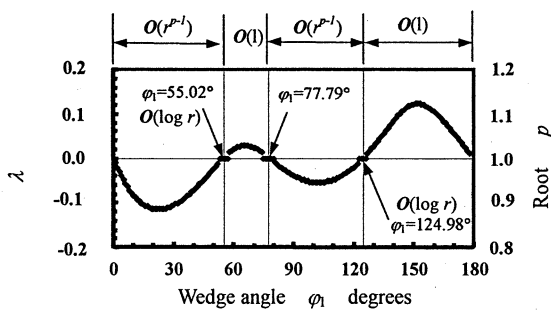


Fig.2 Effect of  $\phi_1$  on stress singularity index  $\lambda$   
 $E_2/E_1=0.5, \nu_1=0.27, \nu_2=0.3$

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

ここで、 $p-1$  は  $\lambda$  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。  $E_2, \alpha_2$  は領域 2 の弾性係数および熱膨張係数であり、 $\rho$  は接合端からごく近傍の距離  $\rho$  を接合体形状の基準長さ  $a$  ( $\rho < a$ ) 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。

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

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( $K_{hj}: \phi_1 = \phi_2 = 90^\circ$ ,  $K_{hpa}: \phi_1 + \phi_2 = 180^\circ$ )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学形状の影響を明らかにした。

### 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( $\phi_1, \phi_2$ )にも依存する。Fig.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

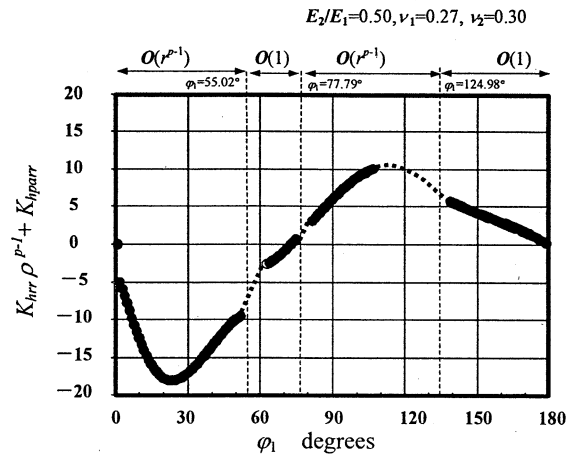


Fig.3 Effect of wedge angle on intensity of singularity field ( $K_{hrr} \rho^{p-1} + K_{hpar}$ ),  $\rho=0.00001$

設定し、 $\phi_1 + \phi_2 = 180^\circ$  一定条件下における  $\lambda(p-1)$  に及ぼす  $\phi_1$  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  $\phi_1 = 55.02^\circ$ ,  $\phi_1 = 124.98^\circ$  であり、特異性消失条件  $O(1)$  が  $55.02^\circ < \phi_1 \leq 77.79^\circ, 124.98^\circ < \phi_1 < 180^\circ$  で確認できる。

### 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部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( $K_{hrr} \rho^{p-1} + K_{hpar}$ )に及ぼす  $\phi_1$  の影響を求めた。

結果の一例(平面ひずみ  $E_2/E_1=0.5, \nu_1=0.27, \nu_2=0.30$ ,  $\phi_1 + \phi_2 = 180^\circ$  一定条件下における特異応力場の強さに及ぼす  $\phi_1$  の影響)を Fig.3 に示す。この図の縦軸には熱膨張係数に依存しない強  $K_{hj}/(n_1 \alpha_1 / \alpha_2 - n_2)$ ,  $K_{hpa}/(n_1 \alpha_1 / \alpha_2 - n_2)$  を表示する。ここで、 $n = (1 + \nu)$ ,  $\alpha$  は熱膨張係数を示す。

図内における  $\phi_1 = 77.45^\circ$  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  $\phi_1 = 56.8^\circ, 77.45^\circ, 123.2^\circ$  で特異応力場の界面端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。

### 3. 実験結果および考察

#### 界面端形状と接合体強度との関係

導電性セラミック  $\text{Si}_3\text{N}_4$ (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  $\text{Si}_3\text{N}_4$  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 Fig.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、 $\varphi_1$  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。

$75^\circ < \varphi_1 < 135^\circ$  では、 $\varphi_1 = 90^\circ$  より  $\varphi_1$  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  $\lambda$  の  $\varphi_1$  依存性(Fig.2)とを対応させると、 $\lambda$  の減少に伴い接合体強度は上昇する傾向が確認で

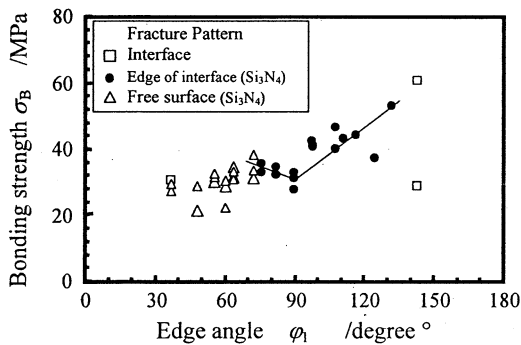


Fig.4 Effect of interface geometry  $\varphi_1$  on bonding strength of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  to Ni joint bonded at 1173K

きる。さらに、特異場強さ( $K_{\text{int}}r^{p-1} + K_{\text{part}}$ )の  $\varphi_1$  依存性(Fig.3)とを対応させると、特異場強さの減少に伴い、接合体強度が上昇する。 $\varphi_1 < 90^\circ$  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。

#### 最適界面形状の可能性の考察

Fig.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。

### 4. 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。

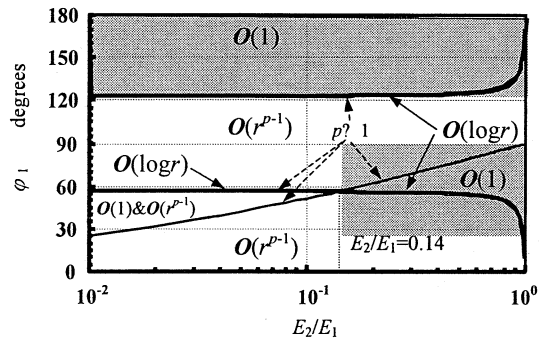


Fig.5 Appearance of stress singularity type

## 参考文献

- (1) 結城良治: 界面の力学, 東京, 培風館, p.1-48, p.62-63 (1993).
- (2) 井上忠信ほか: 異材界面端の熱応力場, 材料, Vol.48, No.4, p.365-375 (1999).
- (3) 池上皓三: 接着・接合界面の物理, 材料, Vol.48, No.12, p.1450-1455 (1999).
- (4) 岡部永年ほか: セラミックス/金属接合構造体の強度信頼性評価—接合冷却過程での熱応力および残留応力挙動における基礎的検討—, 材料, Vol.49, No.4, p.461-467 (2000).
- (5) 岡部永年ほか: セラミックス/金属接合体の残留応力と疲労強度特性, 材料, Vol.48, No.12, p.1416-1422 (1999).
- (6) 小林英男: 溶接学会誌, Vol. 58, p.559(1998).
- (7) 高橋学ほか: セラミックス/金属接合部材の破壊強度データベースと強度解析, 材料, Vol.51, No.1, p.61-67 (2002).
- (8) 村田雅人ほか: 中間層を有する異材接合体の自由縁特異応力場の接合要素法による解析的検討 (隣接特異点ならびに界面の相互干渉効果), 日本機械学会論文集 A 編, Vol.58, No.556, p.2401-2406 ( ).
- (9) 荒居善雄ほか: セラミックス/金属接合残留応力の弾塑性特異性に及ぼす接合体寸法の影響, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.59, No.559, p.627-633 (1993).
- (10) 古口日出男ほか: セラミックス—金属接合体の端部形状修正による熱応力軽減に関する研究, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.59, No.558, p.448-453 (1993).
- (11) 伊藤義康ほか: 接合界面形状適正化による摩擦圧接継手の衝撃強度の向上, 溶接学会論文集, Vol.19, No. 1, p.122-128 (2001).
- (12) D.B.Bogy : Edge-Bonded Dissimilar Orthogonal Elastic Wedges Under Normal and Shear Loading, Transactions of the ASME, p.460-466 (1968).
- (13) D.B.Bogy : Two Edge-Bonded Elastic Wedges of Different Materials and Wedge Angles Under Surface Traction, Journal of Applied Mechanics, p.377-386 (1971).
- (14) 立野昌義ほか: セラミック/金属接合体の引張強度に及ぼす界面形状の影響, 材料試験技術協会, Vol.50, No.1, p.14-20 (2005).
- (15) 井上忠信ほか: 異材接合体の界面端部における熱応力の理論解, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.61, No.581, p.73-79 (1995).
- (16) 陳玳珩ほか: 直線縁で接合された二つのくさびにおける特異応力場, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.58, No.547, p.457-464 ( ).
- (17) J.Dundurs, Journal of Applied Mechanics, 36, 650 (1969).
- (18) 井上忠信ほか: 異材接合端部における熱応力分布の特性 ( $\log r$  型 $\leftrightarrow r^{p-1}$  型の特異性の変化に対する熱応力分布の変化), 日本機械学会論文集 A 編, Vol.61, No.591, p.2461-2467 (1995).
- (19) 久保司郎ほか: 日本機械学会論文集 A 編, Vol.57, No.535, p. 632-636 (1991).

## 1.5. マイクロライボロジー

藤江裕道

### 1. 緒言

機械が駆動する際、機構内や外部との接触部位で発生する摩擦力は駆動効率に大きな影響をおよぼす。スマート機械やマイクロバイオシステムなどの微小スケールの機械では、質量に対する表面積の割合が増大するため、摩擦力の影響が益々大きくなる。これら微小スケールで機能する機械の駆動効率を高めるためには、機構内での摩擦力を低減し、外部との接触部位での摩擦力を適当な値に保つことが要求される。

安藤らは原子間力顕微鏡 (AFM) を用いて、単独の微小突起と平面が接触する系において微小突起の曲率を変化させ、突起と平面の引き離し力を計測した。その結果、接触面積および湿度に比例して引き離し力が増大することを明らかにした<sup>1)</sup>。土谷らは単結晶シリコン基板に異方性エッチングを施して表面形状を変化させ、形状変化に伴って表面間力が変化することを突き止めた<sup>2)</sup>。

そこで、本研究では先行研究に比して、より現実的な表面接触状況について調べることを目的とした。接触する2物体の表面に収束イオンビーム装置 (FIB) を用いて微小突起加工を施し、湿度を変化させた状態で2物体の引き離し力をAFMを用いて計測した。

### 2. 接触表面のマイクロ加工等

単結晶シリコンウエハー (弾性係数 187 GPa, ポアソン比 0.36) の (111) 面上に、FIB を用いて周期的な突起を作成した。イオンビームを格子状に走査しながら照射し、走査回数を変化させることで曲率半径を約 100, 200, 300, 400 nm に調整した。突起高さは 40-50 nm であった。

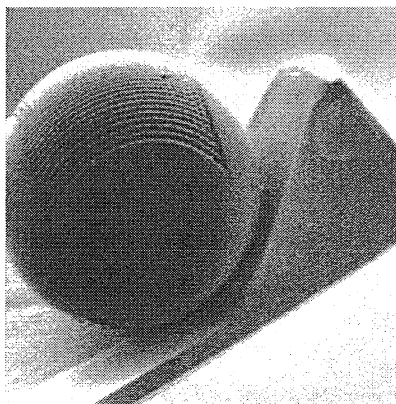


Fig. 1 Periodic micro asperity array on a glass sphere fixed to an AFM cantilever probe.

FIB を用いて AFM 用カンチレバーの探針 (ばね定数 2nN/m, 固有振動数 70 kHz, 長さ 240  $\mu\text{m}$ , 幅 30  $\mu\text{m}$ ) を切断し、AFM のカンチレバーホルダーに固定した。半径 5  $\mu\text{m}$  のガラス球 (弾性係数 69 GPa, ポアソン比 0.23) をシリコンウエハーの平面上に置き、接着剤を塗布した。そして、AFM のカンチレバー調整機構を用いて切断したカンチレバーの先端付近を球に近づけて接着し、20°C で 60 分間乾燥させた。その後、単結晶シリコンに対する方法と同様の方法で表面に格子状の突起を作成した。突起の曲率半径は約 133 nm であり、高さは約 30 nm であった (Fig. 1, 2)。比較対照用として、同様にガラス球を接着し、周期的突起を作成しないカンチレバーも用意した。

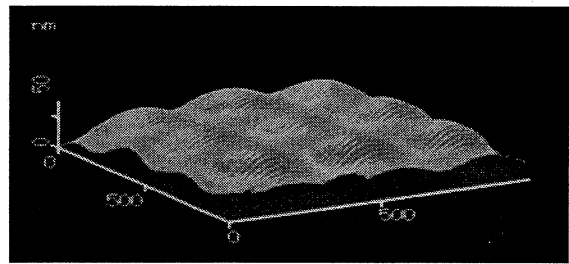


Fig. 2 AFM observation of the periodic micro asperity array on a glass sphere (x-axis and y-axis are 1000 nm in length while the z-axis is 50 nm in length).

### 3. 引き離し力の測定

ガラス球を接着させたカンチレバーを AFM に固定し、ガラス球の突起格子の向きをシリコン表面の突起格子の向きに一致させ、押し付け力が約 100 nN になるまでシリコン表面に押し付けた。その後、ガラス球をシリコン表面から引き離す方向にカンチレバーを変位させ、ガラス球がシリコン表面から引き離される瞬間の最大引き離し力を計測した。その後、シリコン表面を回転させ、ガラス球とシリコン表面の突起格子の向きを 1, 2, 4, 8, 0° ずらした状態で同様の試験を行った。突起を有さないガラス球を用いて同様の試験を行った。試験の際の温度を 24°C, 湿度を 10, 25, および 50% に設定した。

### 4. 結果

ガラス球に突起配列を持たせた場合と、持たせなかった場合の引き離し力を Fig. 3 に示す。ガラス球に突起をつけなかった場合 (Fig. 3 の◇◆印) には、回転に伴って

引離し力が大きく変化し、比較的大きな値であった。ガラス球に突起をつけた場合 (Fig. 3 の○●印) は、突起をつけなかった場合に比べて引き離し力が大きく低下し、突起配列の回転の影響が少なかった。

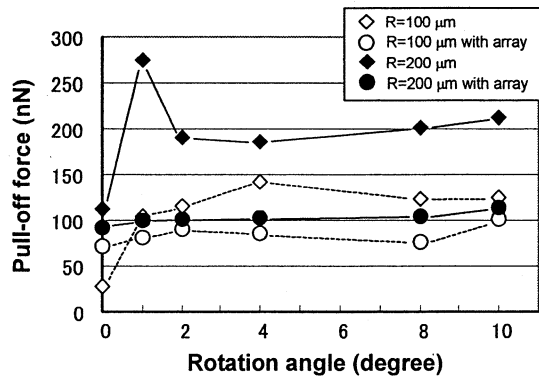


Fig. 3 Pull-off force as a function of misalignment angle of the array pattern of the silicone plane with respect to the glass sphere with and without array pattern of 100 and 200 μm in curvature measured in about 25%Rh.

ガラス球に突起配列を持たせた場合の湿度の影響について Fig. 4 に示す。どの回転角度においても湿度の増大に伴って引き離し力が大きく増大した。

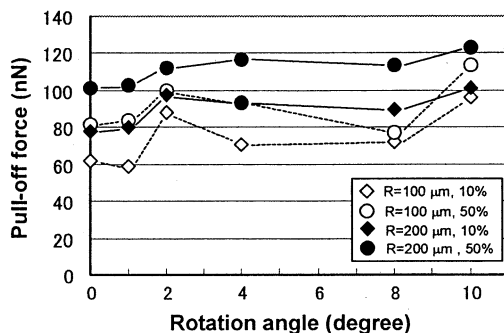


Fig. 4 Pull-off force as a function of misalignment angle of the array pattern of the silicone plane with respect to the glass sphere with array pattern of 100 and 200 μm in curvature measured in about 10 and 50%Rh.

## 5. 考 察

ガラス球に突起配列がない場合はシリコン表面との間の真実接触面積が増大し、メニスカス力の影響を受けやすいため、引離し力が増大したと考えられる。また、ガラス球のわずかな回転によりシリコン表面との接触状態が大きく変化するため、引き離し力が大きく変動したと考えられる。これに対し、ガラス球に突起配列を持たせた場合、突起を持たせなかった場合に比べて引き離し力

が小さく、ガラス球の回転による影響や、湿度の影響を受けにくいことが分かった。これらのことからマイクロバイオシステムなどの微小機構においては、材料が接触する部分に周期的な突起を作成することで表面間力を低下、安定させ、システムの運動効率を高めることが可能であると考えられる。今後は、マイクロバイオシステムに使用される様々な材料に対し、簡便かつ効果的な突起配列の付与方法について検討する必要がある。

## 文 献

- 1) 安藤, 原子間力顕微鏡を用いた微小摩擦実験—接触面積と引き離し力の関係, トライボロジスト, Vol. 45, No.5 (2000) 406-412
- 2) 土谷, 鈴木, 嶋田, 三木, 松本, 倉垣, マイクロ構造における表面間力の測定と表面間力の低減, 計測自動制御学会論文集, Vol. 30, No. 2 (1994) 136-142
- 3) 崔, 安藤, 藤江, 周期的突起を有する表面間に作用する凝着力の測定, 日本機械学会第4回機素潤滑設計部門講演会講演論文集, Vol. 48, No. 8 (2004) 133-134





## 第 2 章 マイクロ加工技術



## 2.1. マイクロ加工に特徴的な技術

武沢 英樹

### 1. 結 言

マイクロ加工の要望は古くからあり徐々に加工精度、加工サイズの縮小化が進められてきた。しかしながら、近年の急激な要求の高まりはこれまでの類をみない。マイクロ加工といっても様々なとらえ方があり、形状がマイクロなのか、平面および鏡面が必要なのか、規則的なマイクロ形状の連なりが必要なのか、微細な穴が必要なのか多種多様である。ここでは、各種マイクロ加工を行う場合、通常サイズの精密加工との特徴的な違いを明らかにして、マイクロ加工を実現するための注意点を考える。

### 2. 加工単位と工具の準備

マイクロ加工を行うためには、1回当たりの除去単位を小さくする必要がある。通常、加工サイズが小さくなればそれに伴い加工精度も高精度なものとなる。そのため、マイクロ加工においては1回の除去単位をできるだけ小さくすることが重要となる。たとえば、切削加工では切り込みを小さくすることであり、研削加工では砥粒径をできるだけ小さくして個々の除去単位を小さくする。放電加工では、1回当たりの放電痕を小さくし、レーザ加工でも加工痕を小さくするための工夫が必要である。

各種加工法で除去単位を小さくするための工夫は様々である。切削加工であれば使用工具の準備が必要であり、現状では単結晶ダイヤモンドの結晶方位を考慮して鋭利に尖らせた工具を利用するケースが多い。このダイヤモンドバイトの成形だけでも容易な工程ではないが、ただ単に鋭利に仕上げることができれば良いというものでもない。切削加工では工作物に対して切り込みを与え、相対運動により切り粉を排出して加工を行うため、適度な剛性がないと工具破損により加工が進行しない。鋭利な工具は必要ではあるが破損しない程度に剛性を保つ必要があり、工具の形状設計も重要な課題である。剛性を優先すると工具自体がマイクロ加工に不適となるジレンマが生じる。両者のかねあいが重要となる。研削・研磨加工でも同様に、砥粒を細かくした超砥粒を用いることでマイクロ加工が行われている。通常サイズの研削加工では形状加工を行うこともあるが、マイクロ加工としては平面度および面粗さを良好にする加工が多い。砥粒にはダイヤモンド

の微粉末あるいは cBN 微粉末が用いられる場合が多い。ところが、超砥粒を用いた砥石を用いれば良好な仕上げ面が得られるわけではない。超砥粒を用いた砥石で研削を行うと、容易に目づまりが発生してしまい良好な研削加工が持続しない。そのため、通常の研削加工では#4000 程度の砥石を用いるのが上限であった。それに対して、インプロセスで砥石をドレッシングしながら研削加工が可能な手法が開発され、超砥粒を用いた仕上げ加工の可能性が大幅に広がった。電解インプロセスドレッシング研削法、ELID (Electrolytic In-Process Dressing) 研削法と呼ばれる加工法である。メタルボンド砥石を用いる必要があるが、電解作用により結合材であるメタルをインプロセスで除去し常に砥粒が突出した状態に保つことが可能である。電解液の作用により砥石表面には不導体膜が生成されるが、研削状態および電解電流と関連して一定のサイクルで最適な膜厚が保たれる。そのため、通常では使用困難であった#8000 以上の超砥粒を用いた砥石による研削加工が可能となり研削加工により鏡面状態を得ることが可能となっている。

放電加工では、形成される放電痕をできるだけ小さくすることがマイクロ加工の実現には必要である。放電痕は、放電条件によりおおむね決定され具体的には電流値とパルス幅による。電流値を小さく、パルス幅を短くすれば良いが、電流値はアーク放電に至ることを考えると 1A 程度が下限である。それに対してパルス幅の下限に制限はないが、現状数十 ns 程度が限度である。放電のパルス制御にはトランジスタが用いられているが、放電の発生を検知してから極短時間でスイッチをオフにする応答性の問題と、アーク放電をなしている電子なだれを瞬時に停止することが難しいなどが考えられる。先に示した最小の電気条件で直径 1~2 $\mu$ m 程度の放電痕が形成できている。レーザ加工ではフェムト秒レーザが開発されておりマイクロ加工へ用いられ始めている。放電加工においてもパルス幅をピコ秒、フェムト秒と短くすることができれば、除去単位を極小にできる可能性は広がる。

上記に示したようにレーザ加工では、極短パルスのパルスレーザが開発され、マイクロ加工への適用が進められている。しかしながら、極短パルス化するとパ

ルスエネルギー自体も小さくなる傾向にあり、エネルギーを大きくした状態でいかに短パルス化できるかがマイクロ加工への重要な課題となる。Nd:YAG レーザやチタンサファイヤレーザなど新しいレーザ媒質の開発により極短パルスレーザのマイクロ加工への可能性がひろがっている。

電子部品の開発に端を発している半導体はマイクロ加工の先駆的な技術である。最近の集積回路の微細パターンでは数十 nm の線幅に至っている。この場合の除去単位として、マスクの作製および露光における分解能が重要である。マスク製作では電子ビームを利用した微細加工が広く普及しだしている。これは、収束イオンビーム加工などビーム加工によるマイクロ加工も同様であるが、いかにビームを細く絞って加工を行うかが重要である。真空状態など付随的な設備の管理も必要であり装置自体が大がかりになり得る。半導体手法によるマイクロ加工は多工程を経て完成するため、各工程それぞれでの管理項目が多くなりそれだけ複雑になるが、一方で同様な精度での大量生産は得意である。

### 3. 被加工物のハンドリング

マイクロ加工を行う上で困難なことに、加工サイズが小さいため、被加工物自体のサイズが小さい、あるいは厚さが薄いことがあり、これらの保持が問題となる場合が多い。十 mm オーダ程度の通常サイズの加工対象の一部にマイクロ加工を行うような場合は問題とはならないが、対象物自体が 1mm 以下で、その一部にマイクロ加工を行うような場合では問題となる。このようなサイズになると静電気力や磁力の影響を大いに受け、容易に加工対象が移動してしまう。加工時の保持も通常サイズのようにバイスなどを用いることはできなく、さらに加工物が非磁性体であれば接着や真空チャックなど限られた方法になる。その場合も、微細部品であるがゆえに吸着力による加工物の変形など考慮が必要である。仮に工作物の保持が完了しマイクロ加工が施されたとしても、その後のハンドリングもサイズが小さい場合は困難を極める。mm 以下のサイズであれば位置や向きを確認するための拡大観察装置が必要となる。ハンドリングもマイクロピンセット、吸着、静電気などが考えられるが、デバイスの制御などマイクロサイズならではの問題が生じる。

### 4. 加工結果の評価

マイクロ加工に限らず加工後の各種計測は必須事項である。形状精度、寸法精度、表面粗さ、光沢度、平

坦度などなど各種評価が必要となる。AFM, STM の出現により nm オーダの形状計測が可能にはなっているが、mm サイズの部品の一部に行ったマイクロ加工部の評価では、加工部位を特定するための工夫が必要となる。電子顕微鏡を用いた加工部位観察では、低倍から高倍に倍率を変更して観察することにより部位の特定はしやすくなる。しかしながら、一般的な電子顕微鏡では3次元情報が得られず、2次元的な評価にとどまる。最近では、共焦点型のレーザ顕微鏡が一般的になりつつあり、微細形状の3次元形状データの観察も様変わりしてきた。急峻な形状の測定は難しくあらゆる形状に対応できるわけではないが、高さ情報を含めた精密計測が可能となっている。ただし、前述したようにあらゆる形状に対応しているわけではなく、今後のマイクロ加工の技術革新のためには、精密計測の発展が不可欠である。

### 5. 本プロジェクトにおけるマイクロ加工テーマ

マイクロ先進スマート機械・マイクロバイオシステムにおける「3次元マイクロナノ形状加工技術開発に関する研究」では、①3次元マイクロ形状創製手法の開発と加工メカニズムの解析(武沢英樹)、②マイクロギヤの加工技術の開発(佐藤貞雄)、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)、④サブミクロン精度の3次元形状の転写技術に関する研究(畑村洋太郎)の4テーマが研究を続けてきた。それぞれ、放電加工を利用した微細形状の加工、光造形手法を用いた微細ギヤの実用化に向けての検討、半導体手法を組み合わせた選択的加工法により規則性構造材料の創製についての研究、マイクロ構造の3次元転写のための粉体流量計測技術の確立などマイクロ加工に必要な技術において多くの成果が得られている。

## 2.2. 半導体技術を応用したマイクロ加工技術

阿相 英孝, 小野 幸子

### 1. 微粒子の自己組織化

自己組織化を利用した新規材料創製プロセスとして、分子が弱い相互作用により自発的に集合し、安定な分子レベルの秩序構造を形成する現象が注目を集めている。その自己組織化を応用したマイクロ加工技術の一つとして、微粒子の自己組織化・自己集積化構造の利用が挙げられる。粒子径が均一で真球状の高分子あるいはシリカ微粒子の水分散溶液を固体基板上に展開し、溶媒をゆっくりと蒸発させることで溶媒蒸発時の表面張力により生じる微粒子間の引力によって、微粒子は自己組織化的に規則構造を形成する。

微粒子の自己組織化構造を用いた機能材料の作製は、図1に示すように微粒子の三次元自己組織化構造を利用する場合と、二次元自己組織化構造を利用する場合とに大別される。三次元構造を利用した例では、それ自身が特性を発現する場合と、それ自身を鋳型として他の物質で構造を置き換えた、その反転構造（インバースオパール構造）が特性を発現する場合とがある。一方、二次元構造を利用した場合には、既存のフォトリソグラフィで使用するレジストの代わりにマスクとして応用し、半導体あるいは金属基板上にマイクロスケールの規則構造体を作製する研究が活発化している。

### 2. 二次元微粒子規則配列をマスクとした半導体のマイクロ加工

一般に、半導体のマイクロ加工はフォトリソグラフィとエッチングを組み合わせたパターン形成が主流であるが、近年では、電解・無電解めっき法に代表されるウェットプロセスやボトムアップテクノロジーの代表的な製造法として期待の高い自己組織化技術などの併用で、トップダウン技術のみでは実現が困難とされる高次構造を持つナノ・マイクロ規則構造体をより簡便に作製する手法が検討され始めている。特に自己組織化技術を応用した微細加工技術は、既存のリソグラフィ技術に比べて、パターンの多様性や加工精度には劣るものの、量産面、コスト面での優れた利便性が評価され、次世代の材料・デバイス開発を実用化するキーププロセスとして期待されている。

図2に二次元微粒子配列を用いたマイクロパターンニング技術の基本概念を示す。パターンニング原理は、微粒子集合体を鋳型とした構造転写に基づくが、既存のリソグラフィ技術に比べ工程が少なく、大面積で一括加工できる特徴を持つ。

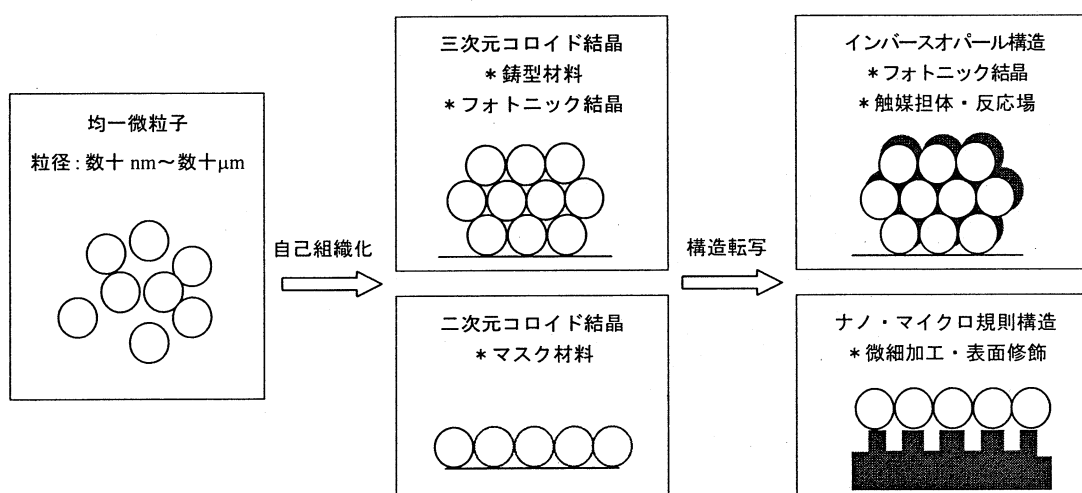


Fig. 1 Nano-/micro-fabrication process using self-assembled spheres as a template or a mask

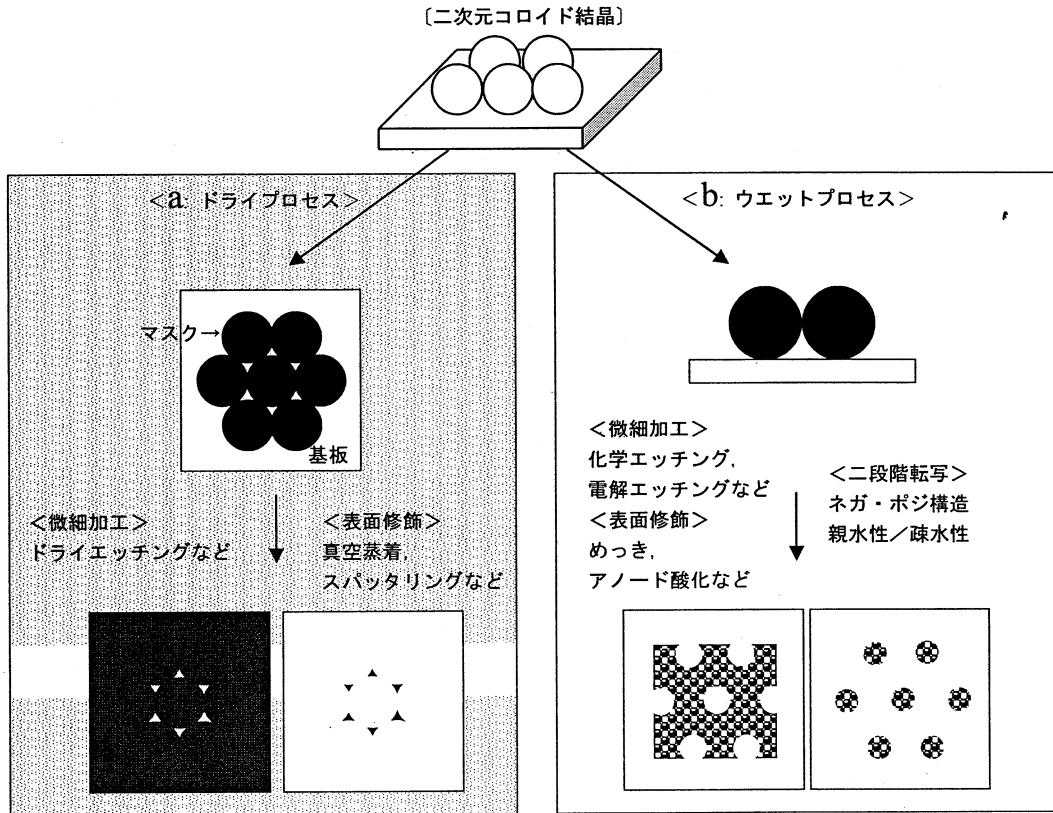


Fig. 2 Two-dimensional patterning using self-assembled spheres as a mask

ドライエッチングや真空蒸着法に代表されるドライプロセスにおいては、最密充填配置した微粒子間の間隙部の開口形状が下地基板に形成されるパターンの形状を決定するマスクとして作用する（図2a）。1980年にDeckmanら<sup>(1)</sup>により提案された“Natural lithography”は微粒子間の開口部を利用した典型的な微細加工例であり、固体基板上に形成したポリスチレン微粒子の二次元自己組織化構造をマスクとして、既存のリソグラフィー技術同様、ドライプロセスを組み合わせることでシリコン基板上に二次元規則構造を形成できることを示した。その後、様々な固体基板に対して同様の試みが検討され、今では“colloidal lithography”あるいは“nanosphere lithography”と呼ばれる、微細加工技術の一つとして、光・電子デバイスの作製に応用されるまでに至っている<sup>(2)</sup>。

ドライプロセスに限らず、ウェットプロセスにおいても微細加工は可能である。図2bに示すように、ドライプロセスを利用した微細加工法との相違点は、反応に関与する領域が露出した基板表面全域に及ぶ点である。つまり下地基板と微粒子の接触面以外は原理的に加工が可能であり、熱処理などで微粒子を下地基板に固定した際には、基板

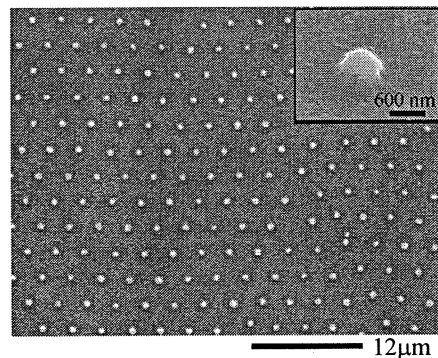


Fig. 3 SEM image of surface of anodized silicon at current density of  $25 \text{ mAcm}^{-2}$  for 2 min in a HF-containing solution.

と微粒子の接触面積を変えることで、パターン周期一定で反応面積の制御も可能といえる。

図3に二次元微粒子配列をマスクとしたシリコン基板の微細加工例を示す<sup>(3)</sup>。シリコン基板上にポリスチレン微粒子の集合体から成るマスクを作製後、ふっ酸を主成分とする電解液中でアノード酸化を行うと、微粒子間隙部に位置するシリコンの露出部が局所的にアノード酸化され、シリコンの選択的な溶解が進行する。最適なアノード酸化条件下においては、二次元微粒子配列の規則性を反映した最密充填配置のシリコンピラー構造を得

ることができる。シリコンピラーの先端径は電解条件により調整可能であり、ピラー周期はマスクとして用いる微粒子径に依存する。特殊な加工装置を用いずに簡便にシリコン基板の微細加工が行える本系の特徴を示した一例である。

ドライプロセスに比べ、ウェットプロセスを利用した構造転写プロセスの利点は、マスクとなる微粒子集合体が多層であっても利用できる点である。ウェットプロセスの場合、反応は基板表面の露出部において進行するため、基板に接する第一層の微粒子配列が構造を決定する重要因子となる。そのため、最終的に得られる二次元規則構造に対して、マスクとして用いた微粒子集合体の層数は関与せず、層数が多層であっても各反応に与える影響は少ないと考えられる。

図4は二次元微粒子配列をマスクとし、シリコン基板表面に形成したマイクロメタルパターンである<sup>(4)</sup>。原理は図3と類似であるが、微粒子間隙部に位置するシリコンの露出部において位置選択的な銅の無電解めっきを行うことで、銅微粒子からなるハニカム状メタルパターンの形成が可能である。

図5aは、二段階転写プロセスにより形成した銀微粒子の島状集合構造である<sup>(5)</sup>。二次元ポリスチレン微粒子集合体を第一マスクとして用い、微粒子周辺のシリコン表面をヘキサメチルジシラザン雰囲気下で疎水化処理後、ポリスチレン微粒子を選択的に溶解除去し、露出したシリコン表面に対して最終的に銀の無電解めっきを行うことにより島状の銀微粒子集合体が得られる。パターン周期は第一マスクとして用いた微粒子の粒径に依存するが、各島状の集合体を構成するのは粒径約100nmの銀微粒子である。このように単一微粒子の配列だけでなく、ある程度の数の微粒子群の規則配列も形成可能であり、物性の異なる数種類の微粒子から成る複合パターンあるいは高精度に析出位置を制御した金属パターンは各種化学センサーなどへの応用が期待される。

また、パターンニングされた銀微粒子(図5a)と太陽電池用シリコンの表面処理技術として開発された金属触媒エッチングとを組み合わせることで、シリコンの二次加工が行える(図5b)。出発構造は、第一マスクとして用いた二次元微粒子集合体であるが、複数の処理を組み合わせることでシリコン上に規則的な微粒子配列の位置情報を転写したホールアレー構造が形成できる。

同様に微粒子集合体を第一マスクとした多段階転写プロセスとアルカリ水溶液中での結晶異方性エッチングを組み合わせることでシリコン基板上に逆ピラミッド構造(図6)の形成も可能であり、本手法を用いたシリコン基板表面の化学修飾および微細加工の応用領域は幅広い。

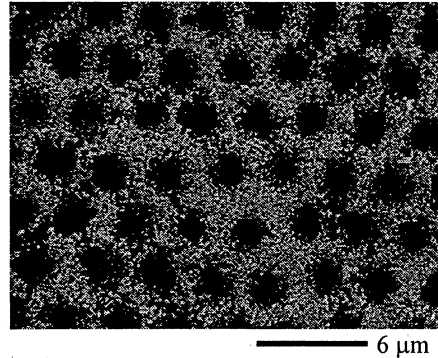


Fig. 4 SEM image of Cu honeycomb pattern with 3  $\mu\text{m}$  periodicity. Electroless plating was conducted in  $\text{CuSO}_4/\text{HF}$  for 1 min.

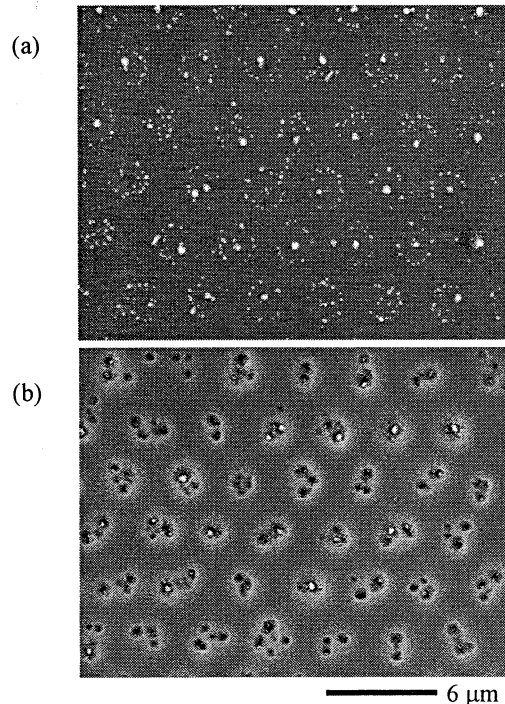


Fig. 5 (a) Isolated pattern of Ag particles formed on Si and (b) Si nanopore arrays. Electroless plating was conducted in  $\text{AgClO}_4/\text{NaOH}$  for 20 min. Metal-assisted chemical etching was conducted in  $\text{HF}/\text{H}_2\text{O}_2$  for 1 min.



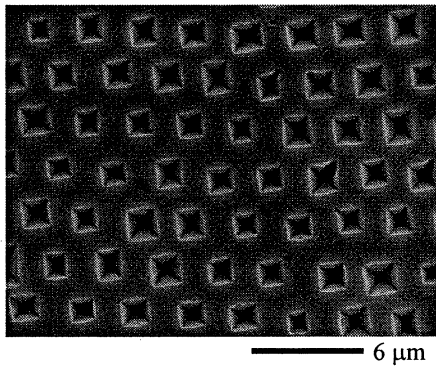


Fig. 6 SEM image of Si hole arrays with 3  $\mu\text{m}$  periodicity. Chemical etching was conducted in 25 % TMAH at 90  $^{\circ}\text{C}$  for 7 min.

### 3. まとめ

微粒子の自己組織化によって形成された二次元微粒子規則配列をマスクとして利用したパターンニング技術は、シリコンをはじめとする半導体基板だけでなく種々の金属基板表面のパターンニングにも適用可能であり、アルミニウムのエッチピット発生位置制御<sup>(6)</sup>に加え InP, GaAs などの化合物半導体表面の微細加工技術<sup>(7)</sup>として応用研究が展開されている。今後、幅広い分野で本手法が発展することに加え、構造転写技術に基づくマイクロ加工によって形成した種々のマイクロ規則構造体が電子、光学分野にとどまらずバイオ関連分野など新たな研究領域においてデバイス応用されることが期待される。

### 文 献

- (1) H. W. Deckman, J. H. Dunsmuir: Appl. Phys. Lett. **41** (1982) 377.
- (2) Y. Xia, B. Gates, Y. Yin, Y. Lu: Adv. Mater. **12** (2000) 693.
- (3) H. Asoh, A. Oide, S. Ono: Electrochemistry Communications **8** (2006) 1817.
- (4) H. Asoh, S. Sakamoto, S. Ono: J. Colloid and Interface Science **316** (2007) 547.
- (5) H. Asoh, F. Arai, S. Ono: Electrochem. Commun. **9** (2007) 535.
- (6) H. Asoh, K. Nakamura, S. Ono: Electrochimica Acta **53** (2007) 83.
- (7) Y. Yasukawa, H. Asoh, S. Ono: Electrochemistry Communications **10** (2008) 757.

## 2.3. 放電加工

武沢 英樹

### 1. 緒 言

放電加工は油などの絶縁液中で、短間隙で対向させた電極と工作物の間にパルス状の電圧を印加して微小な放電を繰り返し発生させ、微小な放電痕の生成を繰り返すことで加工が進行する。放電加工は非接触加工であり、加工反力が小さいことから微細加工に適していると考えられる。従来は、金型などの焼き入れ後の仕上げ工程に用いられてきた放電加工であるが、近年の微細加工技術への要望が強まる中で、微細加工への適用開発が進められてきた。

放電加工は、形彫放電加工とワイヤ放電加工の2つのタイプに大別される。前者は、加工形状を反転させた電極を用いて工作物に対して放電加工を行うことで、必要とする形状に仕上げる加工である。そのため、事前に電極作製工程が必要となる。通常、電極側の消耗が少ない銅電極あるいはグラファイト電極が用いられている。ただし、加工中に電極側もわずかながらに消耗が進行する場合があります。電極形状が崩れることがある。その場合、工作物側の仕上げ形状も崩れてしまうため、荒加工用と仕上げ加工用の2本の電極を使用することもある。一方、ワイヤ放電加工は順次繰り出されるワイヤを電極として用い、板状の工作物との間で放電を発生させ、糸鋸状に工作物を切り出す加工である。基本的には2次元加工であるが、上下ワイヤガイドを独立に動かすことにより3次元的な形状加工も可能である。ワイヤ放電加工では、電極であるワイヤは順次繰り出されるため、加工部位では電極は常に初期状態と保ったままとする。そのため、比較的容易に高精度加工を実現することができている。

非接触加工のため加工反力の小さい放電加工ではあるが、微細加工を行うためにはいくつか気をつけなくてはならない点がある。ワイヤ放電加工では、用いるワイヤ径以下の溝加工は困難であり、現状25 $\mu\text{m}$ 程度が最小である。しかしながら、ワイヤ径が小さくなるとワイヤテンションを大きくすることができなくなり、長手方向（工作物板厚）が大きくなると直線性などの精度が確保できなくなる。また、電気条件を大きくするとワイヤへのダメージが大きくなり断線に至るため、微細加工用の微小エネルギーの加工条件を選定する必要がある。そのため、荒加工時から微細ワイヤを用いる

ことはできない。工作物の段取り変え、あるいは、ワイヤ線の交換など加工途中での段取り変えを考慮する必要がでてくる。また、コーナーRのダレも問題視される場合が多い。ワイヤの走行経路および角部における自動的な電気条件の制御など市販の加工機では各社工夫を行っている。

形彫放電加工における微細加工の代表例として、微小穴加工があげられる。最小数の微小穴加工が実現されているが当然板厚に限度があり、アスペクト比で10~20倍程度である。加工された穴の品質は他の加工法に比較して良好であり、とくにエッジ部のバリが少ないことが特徴であり、基本的にバリ取り工程を必要としない。ワイヤ放電加工でも同様であるが、微細放電加工のためには微小エネルギーの電気条件を設定する必要がある。具体的には、放電電流値を小さくし放電パルス幅を短くすることが必要となる。電流値はアーク放電に至るため1~2AA程度が最小である。それに対してパルス幅は極力短くすることが望まれるが、現状では数十ns程度が限度である。数百ns程度までは従来のコンデンサ放電回路を用いて比較的容易に設定可能であるが、それ以下のパルス幅を実現するためには応答速度の速いトランジスタ素子の選定や回路インダクタンスの減少など、各種工夫が必要である。また、微小穴加工を行う場合は所望する穴直径よりも小さな電極を用いなければならない。放電加工は、短間隙で対向した電極と工作物間で放電を発生させるため、短間隙分の放電クリアランスが存在する。穴加工の場合、電極直径よりも放電クリアランス分だけ大きな加工穴が生成する。よって、数 $\mu\text{m}$ の微小穴を加工するにはそれよりも2~3 $\mu\text{m}$ 程度直径の小さな電極を準備する必要がある。さらに、この程度のサイズになると電極の取り付け誤差が無視できないため、放電加工では同一機械上で電極を成形し、その後工作物に対して加工を行う手法が一般的である。この微細電極の成形をいかに早く、精確に行うことができるかが微細放電加工において最重要課題となる。

微細電極の機上成形で、現在主流として用いられている方法は、ワイヤ放電研削法(WEDG)である<sup>(1)</sup>。これは、ワイヤガイドで拘束されたワイヤと回転および上下運動する微細軸との間で放電を発生させ、微細

軸の側面をわずかずつ消耗させ、必要とする微細軸直径を得る手法である。ガイドにより位置決めされたワイヤを用いているため精度の良い軸成形が可能となっている。さらに、軸の回転と上下運動を制御することにより、丸形状のみならず、四角形状や三角形状など任意な形状に仕上げることができ、異形状穴加工用の電極作製を可能としている。多くの要求を満たしているワイヤ放電研削法ではあるが、成形時間が数分から数十分と比較的長くなる。そのため、大量な穴加工への対応は難しい。よって、放電加工分野において微細軸の瞬時成形が大きな課題としてとりあげられている。

## 2. 放電・電解ハイブリッド型微細軸瞬時成形

ワイヤ放電研削法に比較して格段に成形速度の速い、単発放電を用いた微細軸瞬時成形現象を筆者らが見だし研究を続けてきた<sup>(2)(3)</sup>。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、放電後の電極先端に図1に示すような微細な軸が瞬時に成形される。単発放電のパルス幅は数百 $\mu\text{s}$ 程度であり、連続的に成形することができれば、1秒間に1000本程度の微細軸を成形できる計算である。

単発放電条件と成形軸の関係など各種実験を重ねてきたが、成形軸の繰り返し形状精度にバラツキが多いことがわかっている。図1(b)に示した微細軸先端のみを必要とする場合は良いが、成形軸を微細電極やプローブとして使用する場合は、そのまま利用することが難しい。そこで、単発放電による微細軸瞬時成形後に電解加工を用いて所望する微細軸形状へ仕上げるハイブリッド型システムの構築を検討した。放電加工と電解加工は共に電気エネルギー加工であり、加工液と電源回路を入れ替えることにより容易に加工を切り替えることができる。特に、電解加工では仕上げ面粗さが良好であることが特徴であり、微細工具やプローブとして利用する場合にも有利である。ただし、電解加工においても工具電極が必要となるが、本システムでは汎用的な電解用工具電極による仕上げを目指した。

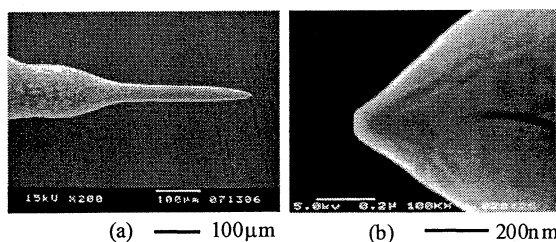


Fig. 1 Rapidly sharpened thin electrode

試作した放電・電解ハイブリッド型微細軸成形システムを図2に示す。電解加工時には微細軸の芯を出すために回転させる必要がある。そのため、主軸にはステッピングモータを用いた回転機構を備えている。モータとのカップリングには磁気リングを用いて非接触としており、回転振動などを極力排除した構造を用いた。さらに、機上にて微細軸の成形状態を観察できるようにデジタル顕微鏡を備えている。これにより、微細軸瞬時成形後の軸先端形状を把握し、電解加工条件を選定する。また、電解加工後の軸形状を観察し必要であれば追加加工を施す。所望する形状になるまで同一機械上での加工および観察を繰り返すフィードバック型の加工が可能である。

電解加工でも放電加工と同様に、仕上げ形状を反転させた工具電極を用いて加工が行われる。しなしながら、本システムでは微細軸瞬時成形後の形状がばらついていることもあり、さらに各種微細軸形状を柔軟に加工できることをねらって電解加工では単純形状の電極を用いる手法を検討した。電極としては、薄板に丸穴を開けた単純電極であり、穴中心部を微細軸が上方から下方へ回転しながら降下する。板厚、穴直径、降下速度をパラメータとして調整することにより必要な微細軸形状が得られる。まずは、板厚(0.03mm)、穴直径(1.2mm)を固定して主軸降下速度を変化させることにより、軸直径が変化することを確かめた。

表1に電解加工条件を、図3に3種類の降下速度に対する軸形状の変化を示す。基礎実験のため用いた軸はタングステン1mmとした。図3の写真より、降下速度を一定とした場合はストレートの軸が成形されており、途中で速度を変化させるとそれに応じた軸直径になることがわかる。これより、必要とする軸形状が与えられた場合、どのような軸降下速度にすればよいかの基礎データが得られる。

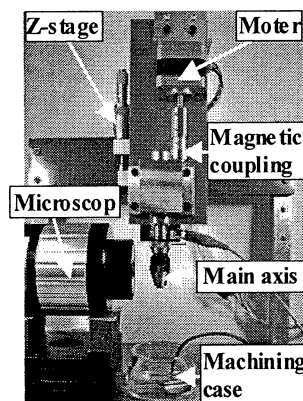


Fig. 2 Hybrid forming system

図4には、軸先端からの軸直径の変化を測定した結果を示す。途中で降下速度を変化させる場合は、ステップ的に変化させているにも係らず軸直径の変化はスロープ上に徐々に変化している。これは、使用した工具電極の板厚と穴直径が影響していると考えられる。これより、軸直径の急激な変化は使用する電解用工具電極の特性により限度があると推察される。

最後に、直径0.1mmのタングステン細線電極を用いて単発放電にて微細軸瞬時成形し、その後電解加工により形状を仕上げた実験を行った。図5に、単発放電後および電解加工後の電極先端形状を示す。最終的に直径20 $\mu$ m程度に仕上げられている。さらに、同一機械上で形状仕上げした微細軸を用いて微細放電加工による穴あけ加工を連続して可能なことも確かめており、微細軸成形システムのみならず、微細加工システムとして利用可能となった。

### 3. まとめ

放電加工を用いた微細加工システムの構築を目的とした研究を進めてきた。微細放電加工で重要となる微細電極の成形に、単発放電による微細軸瞬時成形と電解加工を組み合わせたハイブリッド型成形システムを完成させ、その諸特性を明らかにした。

Table 1 ECM machining conditions

Anode (+)	W
Cathode (-)	Copper(t=0.03mm) Hole( $\phi$ 1.2mm)
Electrolyte	KOH(5%)
Pulse duration	100 $\mu$ s
Duty ratio	50%
Insert resistor	1 $\Omega$
Apply voltage	20V
Rotation speed	130rpm
Machining time	20min

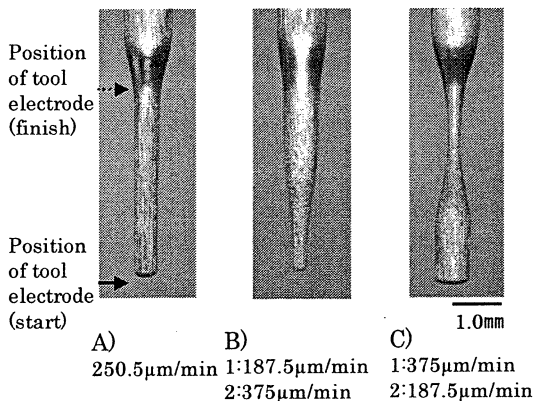


Fig. 3 Machining shape for Z-axis controlled

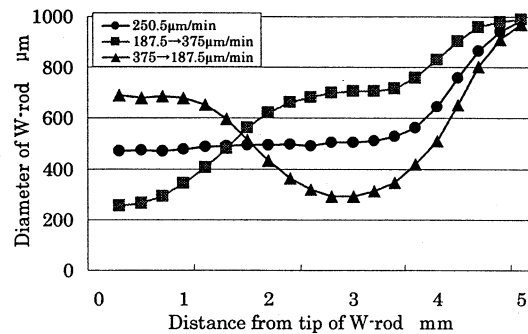
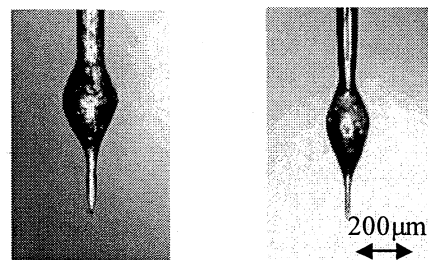


Fig. 4 Machining result for Z-axis controlled



A) After single discharge B) After ECM

Fig. 5 Hybrid thin axis forming (W:  $\phi$  0.1mm)

### 文 献

- (1) Masuzawa, T., Fujino, M., Kobayasi, K., Suzuki, T., Wire Electro-discharge Grinding for Micro Machining, Annals of the CIRP, 34,1(1985), pp.431-435.
- (2) Hideki TAKEZAWA, Naotake MOHRI and Katsushi FURUTANI, Rapid Production of a Thin Electrode by a Single Discharge Machining (1st Report), Journal of the Japan Society for Precision Engineering, Vol. 67, No. 8 (2001), pp. 1299-1303.
- (3) Hideki TAKEZAWA, Naotake MOHRI, Yoshiro ITO, Rie TANABE and Kenichiro HORIO, Rapid Production of a Thin Electrode by a Single Discharge Machining (2nd Report), Journal of the Japan Society for Precision Engineering, Vol. 69, No. 5 (2003), pp. 716-720.

## 2.4. マイクロ/ナノ微細構造の形成

小野幸子, 阿相英孝

### 1. はじめに

ナノ細孔の形成技術は、テラビット級の高密度磁気記録媒体や種々のデバイス、光透過特性、パターンニングへの応用と、光触媒・色素増感太陽電池に応用するための比表面積の拡大への要求から、近年著しい進展がみられる。ナノ細孔形成の手法として湿式法であるアノード酸化ポーラス酸化物や微粒子の自己組織化構造を利用した細孔形成法など、それぞれの構造制御性を高めることで、数年以内のより高度な材料開発の実現が期待される。

### 2. ナノ細孔形成技術の現状と最先端

ナノ細孔形成は、規則構造体の集積・配列を利用した高密度磁気記録媒体や種々のデバイス、光透過・反射特性、シリコンの微細加工・パターンニングへの応用と、酸化物半導体を光触媒・光増感太陽電池やガスセンサに応用するための比表面積の拡大などへの要求から、近年著しい進展がみられる。ナノ細孔形成の手法は様々であるが、ここでは簡便な化学湿式処理によって自己規則化構造を得るアノード酸化によるポーラス酸化物形成と、微粒子の自己組織化構造を利用した細孔形成法、貴金属触媒を利用したシリコンの細孔形成について紹介する。

ここ 10 年の間に最も注目され発展した例の一つにアノード酸化ポーラスアルミナ皮膜があり、生成電圧制御により数十ナノメートルから数百ナノメートルの細孔を自己規則的に配列させることが容易に実現できるため、磁性体や金属、半導体など種々の高機能材料のナノドット、ナノワイヤ、ナノチューブなど微細規則構造体を創製するためのテンプレートとしての用途が広がった。最近 30nm 以下の間隔でのアノード酸化アルミナの細孔配列を利用し、テラビット級の磁気記録媒体を創製できることが報告され、実用レベルでの研究に入った。

### 3. アノード酸化ポーラスアルミナの構造制御

アノード酸化ポーラスアルミナは、図 1 に示すようなシリンダー状の孔が直行して並ぶ構造を持ち、生成電圧によりセル径をナノメートルスケールで制御できるといった特性から、シリコン微細加工用エッチングマ

スクを始め、様々な分野での応用が期待されている<sup>1-9)</sup>。しかし種々のデバイスに利用するためには、孔径、セル径、セル配列などのポーラス構造のより精密な制御が要求される。アノード酸化ポーラスアルミナは、特定の条件下で生成するとセルが自己規則的に配列することが益田らにより報告されており、シュウ酸電解液中で 40V<sup>9)</sup>、硫酸中で 25V<sup>9)</sup>、リン酸中で 195V<sup>7)</sup>においてそれぞれ 100nm、63nm、500nm のセル径をもつ自己規則化ポーラスアルミナが得られる。図 2 にシュウ酸 40V で生成した自己規則化ポーラスアルミナのセル構造を示す。しかし、メンブレン、鋳型材料、エッチングマスクなどとして実用的に利用するには、用途に応じたセル配列間隔を持つ自己規則化ポーラスアルミナを得ることが必要であり、このためには自己規則化メカニズムを明らかにする必要があった。

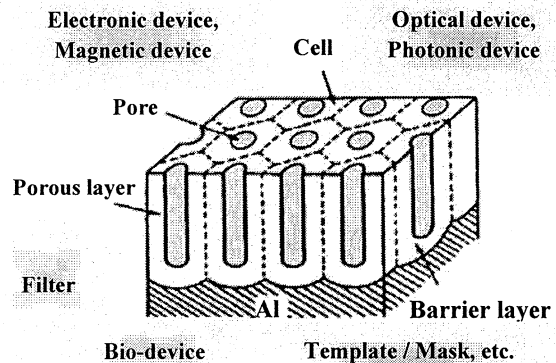


Fig.1 Honeycomb cell structure and application fields of anodic porous alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

ポーラスアルミナの自己規則化メカニズムについて、著者らはポーラス構造における孔径/セル径比と電場強度の関係<sup>8-10)</sup>より、自己規則化を支配する要因として、皮膜生成時の電場強度が強く影響すると推定した。既報の自己規則化は、いずれも電解液の種類に依らず電圧上昇に伴い電流が指数関数的に上昇する時に起こることを指摘し<sup>11,12)</sup>、また、極めて高い電流密度、すなわち高電場下でのアノード酸化条件では、試料に局所的に電流が集中して起こる“焼け”がしばしば発生するが、この時セル配列の高い規則性があらわれること、またそのバリアー層厚さは規則性が高い部分ほど薄いことも明らかにした<sup>13)</sup>。アノード酸化ポーラスアルミ

ナの自己規則化が、アノード酸化時の高い電流により生成した皮膜で起こるとすると、電解液や生成電圧に依らず、任意のセル径をもつ自己規則化ポーラスアルミナを作製できる。

この自己規則化を支配する条件としての高電場の下で、電流の集中を避けて皮膜を生成することによって、図3に示すような広範囲な電圧、すなわち孔間隔を任意に制御した自己規則化皮膜を作成することを可能にした<sup>14)</sup>。

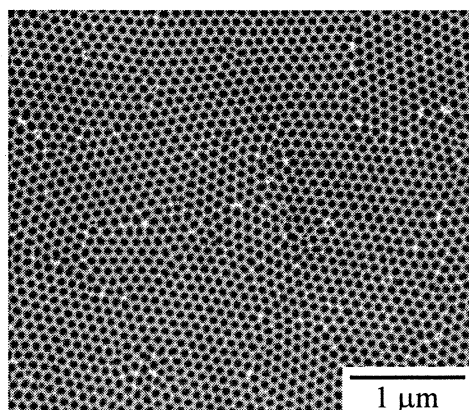


Fig.2 Self-organized anodic porous alumina formed on Al in oxalic acid solution at 40 V for 6 hour.

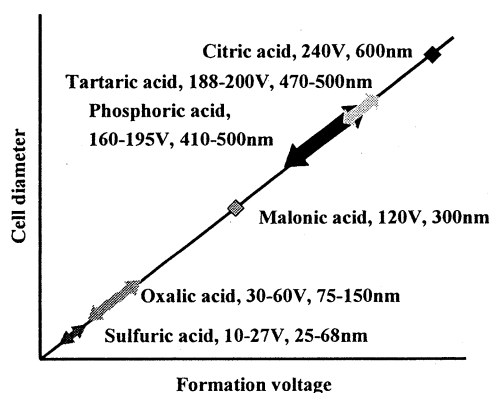


Fig.3 Result view of self-ordering voltages and corresponding cell diameters reported to date.

#### 4. 種々の金属のアノード酸化ポーラス皮膜

アノード酸化ポーラスアルミナの応用の詳細についての紹介は他に譲るが、このように金属を電解液中でアノード酸化することで得られるナノ細孔を持つ「自己規則化」アノード酸化皮膜は、Alばかりでなく、TiやNb, Ta, Zr, Hf, W, Mgなど、従来はバリアータイプの薄い酸化薄膜のみが形成されるか、絶縁破壊(火花放電)による溶岩状ポーラス皮膜のみが成長すると考えられてきた金属や、亜鉛、スズなど酸化物半導体皮膜が得られる金属、InPなどの半導体、など多くの

素材で作製可能なことが2000年以降に相次いで報告され、活発な研究・開発競争が展開されている<sup>15-18)</sup>。

ランダムな堆積酸化物ではなく、素地/皮膜界面での酸化膜成長を電解条件で制御できるシリンダー状セル構造を持つ皮膜が「自己規則化皮膜」と呼ばれる。このようなポーラスアノード酸化皮膜は細孔配列の微細性や規則性に加えて、皮膜自体が半導体であるなど、種々の触媒能を付与可能で、高い比表面積を持ち、安易な湿式法で膜厚や細孔間隔が制御性良く作製できる特徴を持つため、今後の新規な用途の開発を含め高い期待が持たれている。

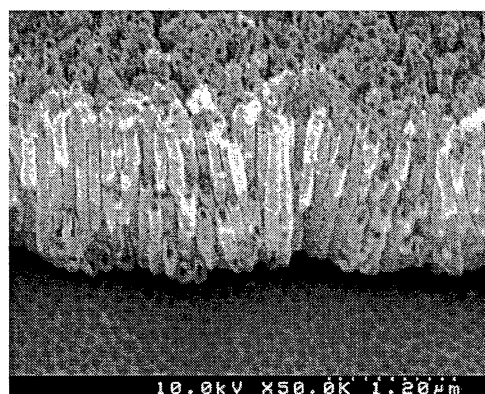


Fig.4 Titania nanotubes formed on titanium substrate by anodization.

#### 4.1 TiO<sub>2</sub> ナノチューブの作製

チタンのアノード酸化により作製したチタニアは図4に破断面SEM像を示すように、セル間に隙間が生じてナノチューブを形成するが、最近このようなチタニアナノチューブを用いた高い変換効率を示す色素増感太陽電池への適用例で粒状チタニアに対する優位性が報告され、高比表面積のみならず形状異方性の効果も期待される<sup>16)</sup>。

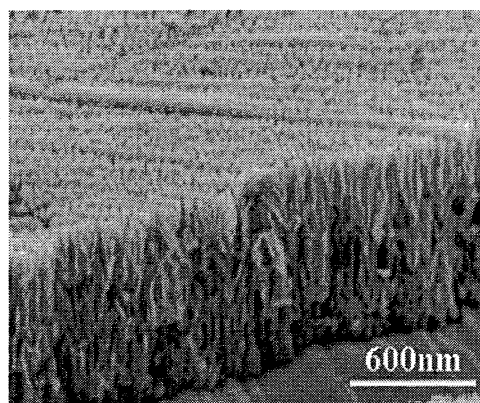


Fig.5 Porous anodic SnO<sub>2</sub> film formed on Sn at 5V in sodium hydroxide.

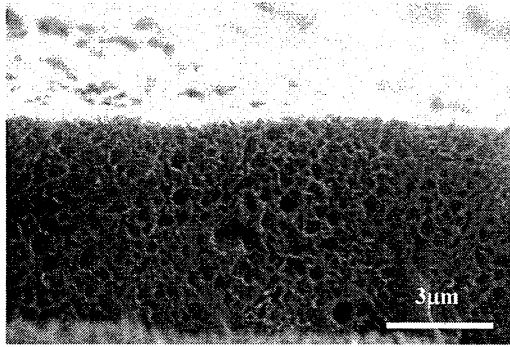


Fig.6 Porous anodic SnO<sub>2</sub> film formed on Sn at 5V in oxalic acid.

#### 4.2 高比表面積を持つ化合物半導体触媒作製

スズ板を種々の電解液でアノード酸化すると、電解液の種類やpHによらず、ポーラス皮膜を生成することができる<sup>18)</sup>。図5に水酸化ナトリウム中10分間5Vで定電圧電解を行った後の試料破断面のSEM像を示す。これらの像から、Alのアノード酸化ポーラスアルミナと類似したセル構造を持つ皮膜が生成することが確認される。生成電圧の上昇に伴い電流は直線的に増加して酸化皮膜は厚くなる。電流密度がある値を超えると得られる皮膜の孔形状は直管状から網目状になる(図6)。

図7に亜鉛を水酸化ナトリウム中、9Vで8h電解して生成した皮膜の断面SEM像を示す。皮膜は基板亜鉛上に直管状に伸びたセル状構造を持つ<sup>19-21)</sup>。これらのポーラス酸化皮膜は光照射によってメチレンブルーを分解する光触媒特性を示した。

#### 4.3 微粒子の自己組織化を利用した細孔形成

微粒子の自己組織化構造はポリスチレンやシリカなどの真球状粒子を基板に展開し、最密充填に自己集積し形成されるオパール構造(コロイド結晶)であり、テンプレートやマスクとして利用できる。微粒子の間隙部にめっきやゾルゲル法で金属や酸化物を充填し、テンプレート微粒子を溶解除去することでナノ細孔を持つ高比表面積の3次元規則構造体(インバースオパール構造)を作製できるため、太陽電池、リチウムイオン電池、電気2重層キャパシタを始めとする種々の分野での応用研究が展開されている。微粒子自己組織化構造をマスクとして用いた各種の基板の微細加工も行われている。

シリコンのエッチング技術に関連して、貴金属が溶解促進の触媒として作用することが報告されてきたが、最近、銀、金、白金などの微粒子を付

与したSi基板を過酸化水素を含むフッ酸に浸漬すると、貴金属粒子が基板を高速度で溶解して沈降し、ナノサイズの細孔を形成することが報告された(図8)<sup>22,23)</sup>。触媒粒子とエッチング液の条件によっては螺旋を描いて沈降する場合もあり、新しい半導体の微細加工技術として注目されている。

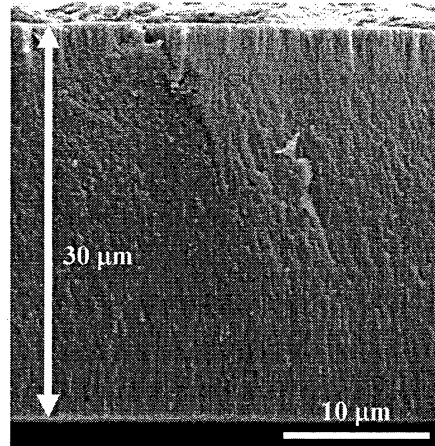


Fig.7 Porous anodic ZnO film formed on Zn at 9V in sodium hydroxide for 8 h.

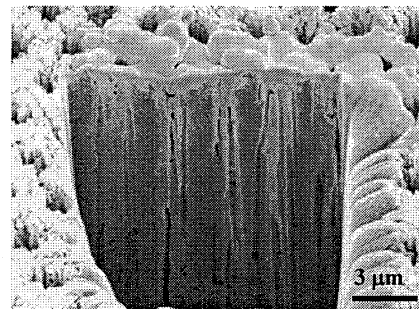


Fig.8 Patterned nano-holes formed in Si by a combination of site selective deposition of Au and chemical etching using colloidal crystals as a mask.

## 5. まとめ

種々の金属や半導体のポーラス皮膜生成を利用したナノ細孔の形成技術の進展について記述したが、5年後以内など近々に解決・実現が望まれる課題として、①アノード酸化ポーラス皮膜では、孔間隔の制御性、規則配列の完全性、およびテラビット磁気記録媒体の実用化 ②光触媒の可視光応答化 ③微粒子集積体の広範囲での規則配列の確立、が挙げられ、10年後程度までに解決・実現が望まれる課題としては、①自己規則化材料を用いた湿式化学処理法によるナチュラルリソグラフ

イ-の実用化 ②ナノ細孔材料を用いた安価で高容量・高効率な太陽電池の実現, がある。

## 文 献

- 1) A.P. Li, F. Müller, A. Birner, K. Nielsch and U. Gösele; *Adv. Mater.*, **11**, 483 (1999)
- 2) Y. Kanamori, K. Hane, H. Sai and H. Yugami; *Appl. Phys. Lett.*, **78**, 142 (2000)
- 3) X. Y. Zhang, L. D. Zhang, W. Chen, G. W. Meng, M. J. Zheng and L. X. Zhao; *Chem. Mater.*, **13**, 2511 (2001)
- 4) H. Asoh, M. Matsuo, M. Yoshihama and S. Ono; *Appl. Phys. Lett.*, **83**, 4408 (2003)
- 5) H. Masuda and K. Fukuda; *Science*, **268**, 1466 (1995)
- 6) H. Masuda, F. Hasegawa and S. Ono; *J. Electrochem. Soc.*, **144**, L127 (1997)
- 7) H. Masuda, K. Yada and A. Osaka; *Jpn. J. Appl. Phys.*, **72**, 1173 (1998)
- 8) 小野幸子, 馬場宜良, 増子昇; 表面技術, **42**, 133 (1991)
- 9) S. Ono and N. Masuko; *Corros. Sci.*, **33**, 503 (1992)
- 10) S. Ono, K. Takeda and N. Masuko; *Proc. 2<sup>nd</sup> Int. Sym. Al Surf. Sci. and Tech.*, p.398 (2000)
- 11) 小野幸子, 阿相英孝, 齋藤真希子, 石黒美由紀; *Electrochemistry*, **71**, 105 (2003)
- 12) S. Ono, M. Saito, M. Ishiguro and H. Asoh; *J. Electrochem. Soc.*, **151**, B473 (2004)
- 13) S. Ono, M. Saito and H. Asoh; *Electrochem. Solid-State Lett.*, **7**, B21 (2004)
- 14) S. Ono, M. Saito and H. Asoh, *Electrochim. Acta*, **51**, 827 (2005).
- 15) Zwilling, V., E. Darque-Ceretti, A. Boutry-Forveille, D. David, M. Y. Perrin and M. Aucouturier, *Surf. Interface Anal.*, **27**, 629 (1999).
- 16) A. Ghicov, H. Tsuchiya, J. M. Macak, P. Schmuki, *Electrochem. Commun.*, **7**, 505 (2005).
- 17) 長坂匠, 阿相英孝, 小野幸子, 表面技術協会 第113回講演大会 講演要旨集p.102 (2006)
- 18) 小野幸子, 小林良平, 阿相英孝, 電気化学会 第73回大会 講演要旨集p.79 (2006)
- 19) 小林勇太, 阿相英孝, 小野幸子, 表面技術協会 第23回ARS有明コンファレンステキストp.58 (2006)
- 20) 小林勇太, 阿相英孝, 小野幸子, 表面技術協会 第117回講演大会 講演要旨集p.274 (2008)
- 21) S. Ono, Y. Kobayashi and H. Asoh, ECS Transactions (in press)
- 22) H. Asoh, F. Arai and S. Ono, *Electrochemistry Communications*, **9**, 535 (2007)
- 23) 新井房雄, 阿相英孝, 小野幸子, *Electrochemistry*, **76**, 187 (2008)



## 25. 薄膜生成

湯本 敦史

### 1. はじめに

薄膜技術とは、基材（材料 A）上に基材と異なる材質の薄膜（材料 B）を形成させる技術の総称である。薄膜技術は基材と薄膜の異種材料を組み合わせた複合材料技術の一種であり、基材に不足する特性を薄膜により補完することで、必要とされる諸特性をコンパクトな複合体で実現することが可能な材料技術である。

薄膜技術は一般的に“めっき”が広く知られているが、湿式めっき法のみならず様々な薄膜技術が伝統工芸から最新テクノロジーまで我々の身の回りで幅広く活用されている。例えば、輪島塗に代表される漆器は、木地に麻布や漆を幾重にも塗ることで木地に不足する装飾性や耐食性・耐水性などの特性を補完した薄膜技術を駆使した製品と言える。

また、半導体技術を始めとする機能性材料を用いたハイテク産業では、薄膜技術の発展が今後の機能性材料の新機能や高機能化を達成する最も重要な一翼を担っている。社会問題にまで発展した青色 LED 開発において、その開発成功には幾つかの要因が挙げられるが、MOCVD という既存の薄膜技術に新しい発想を加えたツインフローMOCVD の着想が開発成功を導き出したと言われている。今や、新しい発想で種々の要素技術を組み合わせた新しい薄膜形成法を開発することが、機能性材料の革新的な発展を支えるキーテクノロジーとなっている。

薄膜形成法の重要性が高まるにつれ、薄膜に要求される性能や用途によって種々の新プロセスが開発されている。図 1 に代表的な薄膜形成法を示す。薄膜形成法はウエットプロセスとドライプロセスに大別されることが多い。

ウエットプロセスは、水に各種の薬品を混ぜ、あるいは溶かしたものに処理物を浸漬して表面処理を行う方法であり、めっき、陽極酸化、化成処理、電着塗装などがある。これらは、化学的な反応のみによって行えるものと、さらに電気を使って反応を行わせるものに分類される。日本工業規格(JIS)によれば、ウエットプロセスは「水溶液または非水溶液を用いて処理すること」と定義されるが、ウエットプロセスの特徴はドライプロセスと対比して次のように集約される<sup>(3)(5)</sup>。

- ① 大面積の処理が可能で量産性が高く、処理コストが安価である。
- ② 大気開放系で装置構造が単純であり、設備コストが安価である。
- ③ 水溶液系を用いるため水の電気分解による制約があり、析出可能な金属が限定される。
- ④ 廃液、排水処理が必要である。

ドライプロセスとは薄膜形成法としてウエットプロセスよりも歴史が浅く、近年多く使われるようになった方法である。JIS H 0211 『ドライプロセス表面処理用語』によれば、ドライプロセスとは、「材料表面を気相または熔融状態を用いて処理すること」と定義される。ウエットプロセスと比べ、ドライプロセスの特徴として下記の利点が挙げられる<sup>(3)(5)</sup>。

- ① 金属、無機材料、有機材料を問わず、コーティングが可能である。
- ② 特に、酸化物、窒化物、炭化物など化合物の作製が可能であり、また容易である。
- ③ 励起状態、非平衡状態を用いた物質の新しい合成が可能である。
- ④ 基板への密着性に優れたコーティングが行える場合が多い。
- ⑤ 原子、分子レベルでの膜厚制御が可能である。
- ⑥ 多層膜の作製が容易である。
- ⑦ 傾斜組成コーティングが容易である。
- ⑧ 基板温度を、液体ヘリウム温度のような極低温から、1000℃を越える高温まで、広範囲に変えることが可能である。このため、作製される膜の構造、性質などを幅広く制御できる。
- ⑨ 方法によっては、室温付近の低温で、高温で作製したのと同等の性質の膜が作製できる。このため、耐熱性に劣る基板(プラスチックなど)にも容易にコーティングが可能である。
- ⑩ 排ガスの処理が比較的容易である。
- ⑪ 原料の有効利用が図れる。

最近では、ドライプロセスにおいてプラズマ、イオン、ラジカル、光(ランプおよびレーザー)などを用いることが多くなり、こういった手段により高励起状態などを容易に応用することが可能にな

ったことも大きな利点である。

一方、下記のような欠点もある。

- ① 真空を使用することが多く、装置が大がかりであり、高価である。
- ② プロセスにおいて、制御すべきパラメータが多い。

工業分野では、今までウェットプロセスが主流であったが、薄膜への要求性能の高まりと共に環境負荷の低減の観点から現在ではドライプロセスへの期待が高まっている。特にマイクロマシン作製技術や MEMS への薄膜形成法を応用する場合にはドライプロセスが検討されており、なかでも物理蒸着法(PVD, Physical Vapor Deposition)が広く研究されている。

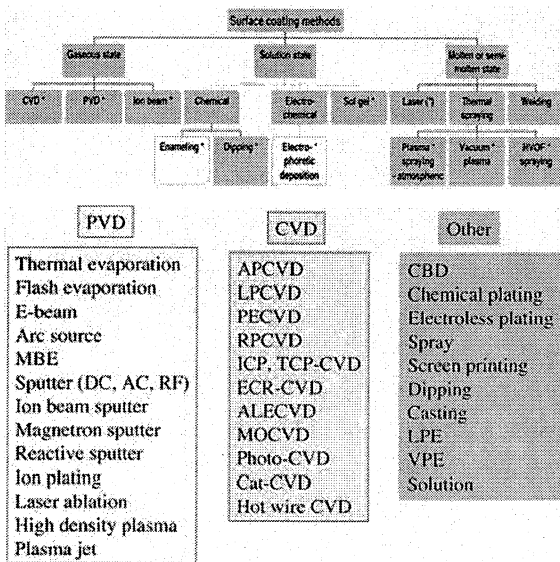


Fig. 1 Thin film deposition processes. (1)(2)

## 2. スパッタリング・イオンプレーティング

ドライプロセスの代表的な手法が、真空蒸着、スパッタリング、さらに真空蒸着を発展させたイオンプレーティングなど PVD 法である。また、化学蒸着法のことを通称 CVD (Chemical Vapor Deposition) 法という。さらに、超高真空を用いるなど新しい方法により、原子、分子のレベルで膜厚を制御することが最近可能になり、真空蒸着を発展させた分子線エピタキシ(MBE)やレーザーアブレーション、熱 CVD を発展させた原子層エピタキシー(ALE)などである。これらの方法により、超格子、多層膜など新しい物質が作製されている。種々の新しいプロセスが開発されている中、マイクロマシン作製技術や MEMS への適用が広く検討されているスパッタリング法とイオンプレーティング法を以下に取り上げる。

高いエネルギーを持った粒子(多くの場合、電界により加速された不活性気体の正イオン)を固体に衝突させると、固体表面の原子、分子、または小さい原子集合体が固体表面からたたき出される。この現象をスパッタリング(sputtering)と呼ぶ。スパッタリング現象で、原子、分子がたたき出されている固体の近くに基板を置けば、飛散してくる原子、分子が基板上に堆積して薄膜が形成される。このような機構に基づく薄膜形成プロセスをスパッタリングという。

スパッタリング現象を利用した薄膜形成法にもいくつかのタイプがあるが、そのなかの原理的に最も簡単な直流 2 極スパッタリングを説明する。図 2(a)は真空槽内を一度真空に排気した後、アルゴンを導入し、ターゲット物質をたたき出し基板に堆積させる方法である。図 2(b)にはマグネトロンスパッタリング装置の模式図を示す。これはターゲットの裏側に中心と外周部に沿って磁石を設置したものである。電界と磁界からの力を受けて、放電中の電子が N 極と S 極の間に補足されたままターゲットを一周するような運動を行う。そのため、電子がアルゴン原子と衝突する回数が増えてアルゴンイオンの量が増加する。この方法は通常の直流 2 極スパッタリングに比べて一桁以上大きい成膜速度(最大で 1 μm/min 程度)が得られる。

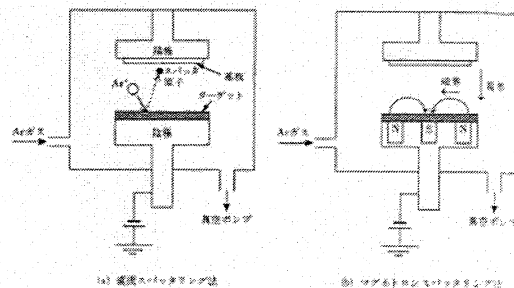


Fig.2 Schematic diagram of DC Sputtering and Magnetron Sputtering. (3)(4)

膜中の不純物濃度、膜中の格子欠陥、膜の配向性、表面の平滑度、内部応力、基板に対する密着性、成膜速度そして目的とする特性などは成膜条件によって大きく影響を受けるので、薄膜の作製にあたってこれらの特性と成膜条件の関係を十分に把握しておくことが必要である。スパッタリングを真空蒸着と比較すると長所として次のような点があげられる。

- ① 高融点の金属、合金、化合物、有機材料などのほとんどすべての物質を薄膜化することができる。
- ② 合金膜の場合、組成を容易に制御できる。
- ③ 反応性のガスを導入することによって化合物薄膜を合成できる。

- ④ 基板に対する付着性がよい。
- ⑤ 再現性がよく、長時間の運転に対しても安定した成膜が行える。

一方、欠点としては、

- ① 成膜速度が遅い場合もある。
- ② 基板が低真空のアルゴン雰囲気中に曝されるためにアルゴンガスや不純物ガスが混同しやすい。

などがあげられる。従来のスパッタリング装置が持っている欠点を克服するために、対向ターゲット式スパッタリング、イオンビームスパッタリング、ECRスパッタリングなど新しいスパッタリング装置も開発されている。

イオンプレーティング法は、真空蒸着とプラズマの複合技術である。イオンプレーティングでは、真空蒸着装置内にガスを導入し、種々の方法によりプラズマを発生させ、これにより蒸着粒子をイオン化し活性化して蒸着する。したがってガスプラズマとして窒素、アセチレンなどの反応ガスプラズマを用いると、窒化物、炭化物などの化合物膜を容易に得ることができる。この方法は反応性イオンプレーティングと呼ばれている。イオンプレーティングは原則としてガスプラズマを用いるが、プラズマを発生させるための放電の型式としては、直流放電励起方式、高周波放電励起方式、ホローカソード(HCD)放電方式、アーク放電方式などがある。これらの方式により生成する薄膜の構造、物性及び成膜速度が異なり、また母材の形状にも適・不適があるので、工業的な応用に関してはこれらの方を考慮する必要がある。図3に各種イオンプレーティングの方式を示す。

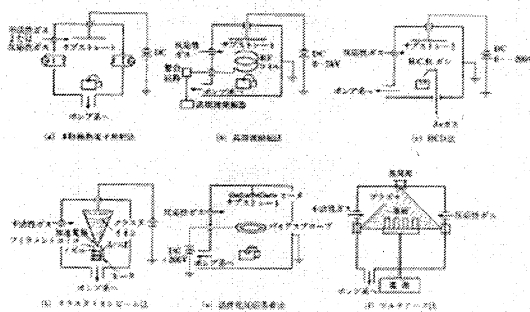


Fig.3 basic Ion-Plating apparatuses. (3)(4)

イオンプレーティングによって形成された皮膜が、真空蒸着膜に比較して、膜質、密着性が優れている理由は、蒸発粒子の運動エネルギーの増大による。真空中で蒸発した粒子は、基板に到達したとき、運動エネルギーの差によっていろいろな現象を起こす。その現象を順に列記する。

- ① 運動エネルギーの小さい粒子は、ちょうど雪が降り積もるように基板上に堆積し、皮膜を形成する。
- ② 少し運動エネルギーが大きくなると、基板に到着した蒸発粒子は、表面を自由に動き回り、最も安定した位置に落ち着きながら皮膜を形成する。
- ③ さらに運動エネルギーが大きくなると、夕立のような激しい雨に地面が叩かれた時に泥水が跳ね飛ばされるように、イオンの衝突によって、基板上の原子や分子を飛び出させる。これがスパッタリング現象である。
- ④ 蒸発粒子がイオンとなって、さらに運動エネルギーが大きくなると、基板の中に入り込んでいく。すなわちイオン注入現象が起こり始める。

イオンプレーティングにおける蒸発粒子には、イオン、ラジカル(励起状態粒子)、中性子などが含まれ、それぞれ運動エネルギーが異なっている。そこでイオンプレーティング中には、上記の1~4に示した現象を、同時に基板上で起こしながら皮膜を形成している。これが良質で密着性の良い皮膜を形成している大きな要因である。現在までにイオンプレーティング法により種々の金属、2元系および多元系物質および多層膜が作製されている。この薄膜の実用例としては、ドリルなどの切削工具、金型、ICなどの情報関連機器、自動車部品、電気製品、眼鏡フレーム等の装飾品など多くの製品がある。

現在では、用途や皮膜材質に併せ、各種スパッタリング法やイオンプレーティング法が使われている。しかし、原理的にスパッタリング法やイオンプレーティング法では成膜速度が遅く、10 $\mu$ mを超える膜厚が必要な構造体を製作する場合や、マイクロマシン量産化に対しては大きな技術的課題が存在する。

### 3. 超音速フリージェット PVD

スパッタリング法やイオンプレーティング法の課題である成膜速度を向上させる技術として本プロジェクトでは超音速フリージェット PVD (Supersonic Free-Jet PVD; SFJ-PVD) を開発研究している。

超音速フリージェット PVD は、生成直後の活性なナノメートルサイズの粒子 (ナノ粒子) を超音速のガス流により加速、基材に堆積させることにより皮膜形成する新しいコーティング技術である。He や Ar など不活性ガス雰囲気中で材料を加熱蒸発させると、蒸発した原子が雰囲気ガスにより冷却され、蒸発原子の凝集によりナノ粒子ができることは「ガス中蒸発」と呼ばれ古くから知られていた。本法は、微粒子生成技術であるガス中蒸発

をコーティング技術に取り入れ、ガス中蒸発により生成されるナノ粒子を 5km/s 以上の超音速ガス流により加速させナノ粒子に高い運動エネルギーを付与し、ナノ粒子の堆積による皮膜形成を試みる手法である。

図 4 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、合計三つのチャンバ、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ャンバを真空排気し、その後チャンバ内に不活性ガスを導入する。不活性ガス雰囲気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。

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（右上のチャンバ）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 4.2 の超音速に加速するノズルが接続されており、ナノ粒子は超音速ガス流によって高速に加速され、基板上に堆積・皮膜形成される。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。

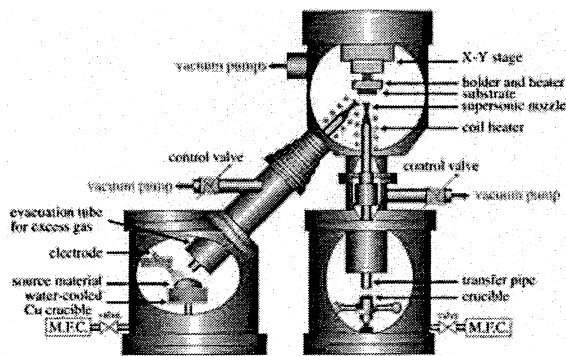


Fig. 4 Schematic diagram of SFJ-PVD apparatus.

すでに本法を用いて、高い成膜速度で緻密で欠陥の無い金属膜<sup>(6)</sup>、金属間化合物膜<sup>(7)-(9)</sup>、セラミックス膜<sup>(10)</sup>の形成に成功し、さらに本法による皮膜組織は微細結晶流を呈し、皮膜組成を制御するこ

とにより物性（硬さ）を連続的に制御することが可能であることも明らかとしている。

#### 4. まとめ

マイクロマシン作製技術や MEMS への薄膜形成技術の応用が期待されている中、現在、広く活用がされているスパッタリング法やイオンプレーティング法と共に、PVD 技術の課題である成膜速度の低さの克服を目指し、マイクロマシンや MEMS に応用することを念頭に新しい薄膜形成技術として超音速フリージェット PVD の開発を進めている。

本法は、生成直後の活性なナノ粒子を、超音速のガス流により加速・高い運動エネルギーを付与して基材に堆積、皮膜形成させるため、低温で緻密な皮膜を形成させることができる。また、蒸発させた原子を捕集しナノ粒子としてから、基材に堆積・皮膜形成させるため膜素材を効率良く皮膜にすることが可能であり、高い成膜速度を達成することができる。今後更なる研究開発を進め、マイクロマシンや MEMS の作成技術として確立させることを目指す。

#### 文 献

- (1) Petri Vuoristo, Coating structures and techniques for bio applications, Euroceram Seminar Biotechnical engineering: Bioseramics, (2001), pp.1-12.
- (2) Junsin Yi, Thin Film Technology and Device Applications (2005), pp. 1-81.
- (3) Atsushi Mitsuo and Nobuhiro Nihira, Hajietenohyomensyorigijyutu (ISBN : 978-4-7693-2157-6) (2003).
- (4) The Surface Finishing Society of Japan, Hyoumen syorikougaku (ISBN-10: 4526045225).
- (5) The Surface Finishing Society of Japan, PVD/CVD himaku no kiso to ouyou (ISBN-10: 4837506275).
- (6) A. Yumoto, F. Hiroki, I. Shiota and N. Niwa, Formation of titanium and aluminum films by supersonic free-jet PVD method, J. Japan Inst. Metals 65 (2001) 635-643.
- (7) A. Yumoto, F. Hiroki, I. Shiota and N. Niwa: *In-situ* Synthesis of Titanium-Aluminides in Coating with Supersonic Free-Jet PVD using Ti and Al nanoparticles, Surf. Coat. Technol., 169-170(2003) 499-503.
- (8) A. Yumoto, T. Yamamoto, F. Hiroki, I. Shiota and N. Niwa: Nano-Composite Coatings by Supersonic Free-Jet PVD, Trans. of the Mater. Res. Soc. Jpn., 29(2004), pp.1889-1892.
- (9) A. Yumoto, T. Yamamoto, F. Hiroki, I. Shiota and N. Niwa: Ti-Al, Graded Al/AlTi and Ti-Al-N Coatings Prepared by Supersonic Free-Jet PVD, Mater. Trans. 45(2004), pp.1620-1623.
- (10) A. Yumoto, T. Yamamoto, F. Hiroki, I. Shiota and N. Niwa: Graded TiN Coating by Supersonic Free-Jet PVD combined with Reactive Plasma, Mater. Trans. 43(2002), pp.2932-2934.

## 2.6. 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

### 1. 結 言

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、電気・光・機械の三つが融合したマイクロナ3次元構造になる<sup>1)</sup>。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次元の構造を作製することである。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である。そこで、本研究では粉体のハンドリング技術を確立することを目指した。

粉体のハンドリング技術では立体配線の作製で、粉体ハンドリング技術を用いて製造する手法を筆者らが研究してきた。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ものである。プリント配線基板の超小型化に伴い、半導体集積回路の高集積化、高密度化などが要求され、セラミックス積層基板の工程で粉体のハンドリング技術が重要な要素になっている<sup>2)</sup>。その手法は、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保つ円錐形状を作る。この円錐底面の径の大きさが配線幅になる。そのためには供給される粉体量を制御しながら、一定量を試料台に落下させる。このときに導体部分(銅)と絶縁部分(ガラス)とを組み合わせ、配線パターンを作製する。次に、加圧し、一層目の配線パターンができ、これら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方式である。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こと、などの粉体特有の特徴を持ち合わせている。

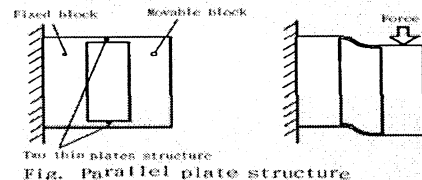
この研究から得られたことは、本研究のように微小な粉体の流量を連続的に計測する必要がある。そのためには微小粉体のハンドリング技術が必要である。そこで、本研究では微小粉体の流量を連続的に計測するための超微小粉体流量計の開発と制御システムの開発を行う。その後、粉体混合の研究を行い、この両者の技術を用いて、サブミクロン精度の3次元転写技術が可能になると考える。

### 2. 超微小粉体流量計の開発

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である。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、ロスインウエイト式)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<sup>3)</sup>。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 粉体流量計と校正用荷重計の機能と構造

必要な機能は、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に、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。



筆者らは粉体用の検出器の研究を行ってきた<sup>4)</sup>。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ている。平行平板構造とは、図1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。この特性を生かすために、微小粉体流量計と校正用荷重計の構造に平行平板構造を用いた。新たに考案した微小粉体流量計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。

超微小粉体荷重計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。

**2.2 校正機能付超微小流量計の構造** 前述の2-1 (2) (3) を組み合わせた構造が図2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。

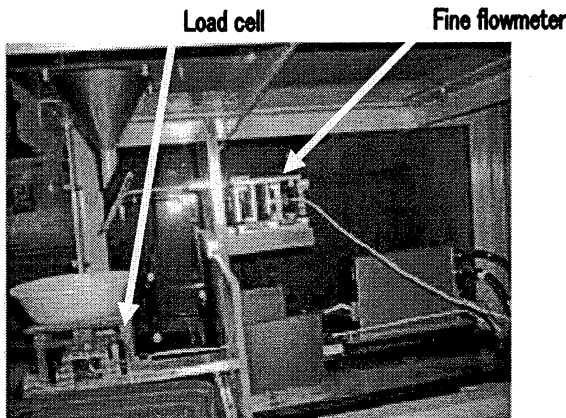


Fig.2 Fine flow meter

微小流量計の性能は線形性、非履歴性、感度ともに良好である。その結果、流量計の検出性能は109(kg/h)/Vであり、荷重計の検出性能は1423(g/h)/Vである。図3は荷重計と流量計とを同時に計測した測定例である。粉体は8号珪砂、粒径106 $\mu$ m、密度2.5g/cm<sup>2</sup>を用いた。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、校正用荷重計から、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、0.009kgf/25secになる。これを時間当たりに直すと1.3kg/hになる。流量計から得た流量の値と比べ、違ってい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。

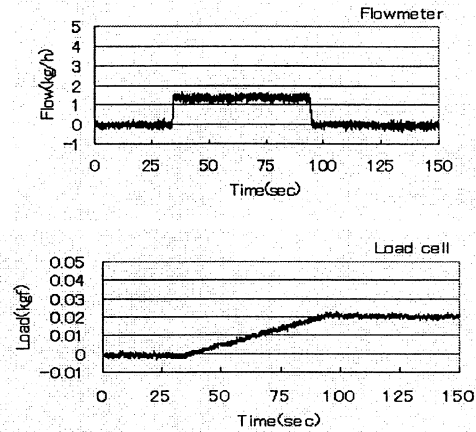


Fig.3 Example of measured silica sand flow  
By fine flowmeter and load cell

### 3. マイクロ粉体の定量供給システム

**3.1 粉体の定量供給システムの構成** マイクロ粉体の定量供給システムの構成図を図4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。

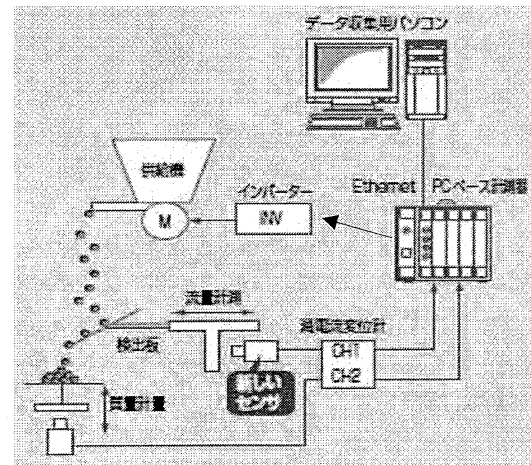


Fig.4 The component of systems measuring flow

**3・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、作製された装置を図5に示す。同図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(株)製が新たに開発した渦電流センサを用いている。

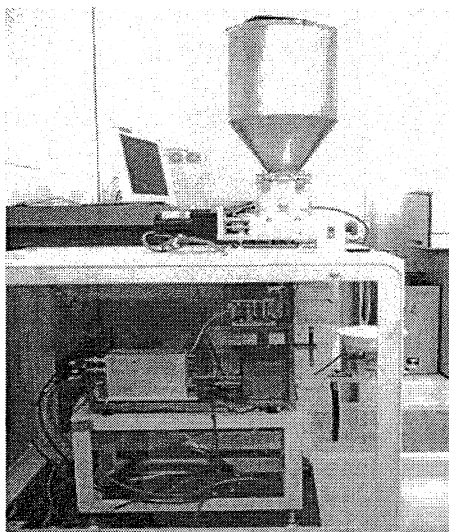


Fig.5 An experimental device

**4. 超微小流量粉体流量計を用いた定量供給システムの測定例**

図6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 $\mu$ m、密度2.6~2.7g/cm<sup>2</sup>）、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、平均値を求めるとなだらかな曲線（緑）になる。この波形を用いることで、流量制御が可能になる。

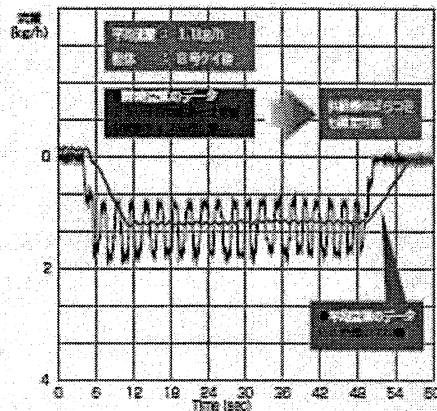


Fig.6 Example of measured silica sand by fine flowmeter

**5. 結言**

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ュー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マイクロな粉体の流量制御の可能性を得た。

**参考文献**

- 1) Hatamura Y., Powder Forming from Novel Viewpoint –from Silo to IT Element-, J. Soc. Powder Technol., Vol.38, No.11, (2001), pp.809-815.
- 2) Takeuchi T., Hatamura Y., Atrend of Flow Quantity Measurement Technology of Late Years, Powder Science & Engineering, Vol.38, No3(2006),pp62-66.
- 3) Takeuchi T., Hatamura Y., A trial of impulsive type flowmeter, Prepr. J. Soc. Powder Technol. (2004-11), pp121-122.
- 4) Hatamura Y., Takeuchi T., Nakao M., New Methods for Detecting Phenomena in a Silo, J. Soc. Powder Technol., Japan, Vol.34, No.5, (1997),pp312-323.

## 2.7. 光造形

佐藤 貞雄、西谷 要介

### 1. 緒言

従来、高分子の光造形は鋳型や機械部品の試作加工として開発されたもので、汎用化された加工技術ではなかった。しかし、今日のマイクロマシン加工技術に要求される半導体部品から光ナノプリント加工技術などにおいて紫外線ビームや電子線ビーム照射によって硬化する樹脂の開発によりマイクロ加工に関する技術が注目されるようになった。すなわち、ラピット・プロットタイピング法による加工技術の出現である。これらの技術は立体的な複雑形状の加工すなわち3次元加工に対応できるもので、使用する照射ビーム径のサイズによってサブミクロンオーダーの成形加工が可能になった。

本稿では、実際的な試みとして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による図式情報を光造形装置に入力し、JISに基づく平歯車を成形した。またPSRに各種充填材を充填したPSR複合材の歯元曲げ強さ、疲労強度などの歯車特性と一般的な機械的特性に及ぼす充填材効果について検討した。

### 2. 光硬化性樹脂と充填材

使用した光硬化性樹脂は、アクリル系 (PSA: Photo Setting Acrylic) とエポキシ系 (PSEP: Photo Setting Epoxy) の2種類で、室温下では何れも粘稠な液体である。

充填材としては繊維状のチタン酸カリウムウイスカー (PTW)、鱗片状チタン酸マグネシウムカリウム (MPTO)、有機化モンモリロナイト (OMMT)、マイクロガラスビーズ (MGB) 及び石英ガラスビーズ (QGB) の5種類を1~5wt%の範囲で充填した。SEMによる充填材PTWとQGBの形状・寸法をFig.1に示す。なお、充填材は微細 (粒径 or 長さ  $20\mu\text{m}$  程度以下) であるほど良く、また光の乱反射の著しい充填材は硬化の妨げになることから避けた方がよい。

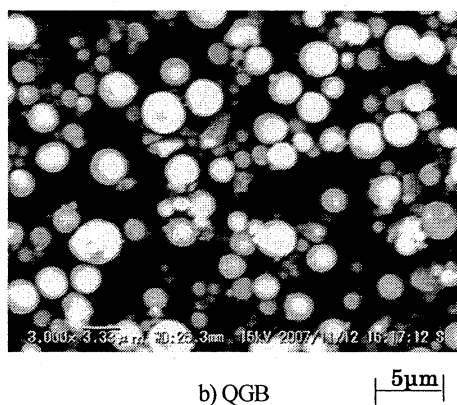
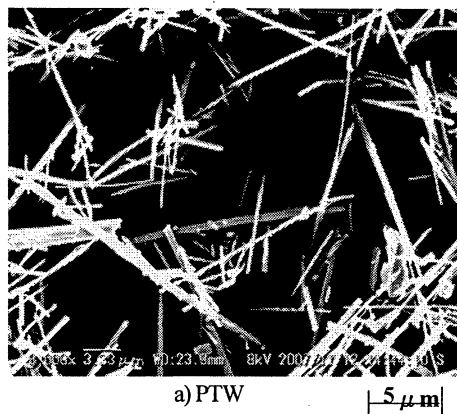


Fig.1 Size and shape of fillers used in this experiment

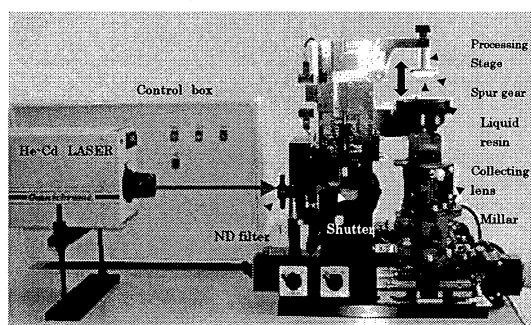


Fig.2 Stereo lithography system apparatus with Helium-Cadmium laser.



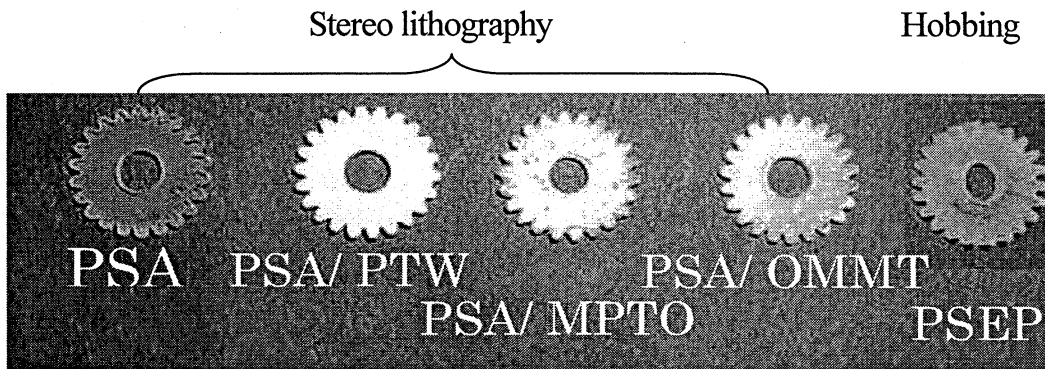


Fig.3 Super gear of various material processed using stereo lithography and hobbing machine

### 3. 加工装置と歯車の成形

加工装置は、波長 325nm の He-Cd の紫外線レーザー光で（光硬化性樹脂でも波長が著しく異なると架橋せず硬化しないことがあるから要検討）、最小ビーム径 7  $\mu$ m、最大出力 20mW のものである。装置のプロフィールを Fig.2 に示す。

歯車の成形プロセスは、まず 3D-CAD により  $m=0.5$ 、 $Z=22$ 、 $do=11\text{mm}$ 、 $da=12\text{mm}$ 、 $b=1.5\text{mm}$  の製作図面を作成し、STL(Standard triangulated language)形式を経て、この図式情報を基に平面方向 (X-Y 方向) の送り量 1~0.2mm、垂直方向 (Z 方向) の送り量 1~0.15mm、各方向の送り速度 2m/s に設定し 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 NC 制御情報は造形装置に転送され、加工台面上の光硬化樹脂に紫外線が照射され第 1 層目の樹脂層の硬化が始まる。第 1 層目の硬化が完了すると加工台は Z 方向に所定量上昇し、第 2 層目の硬化が行なわれ、この繰り返しによって設定の厚さまで積層されるようになっている。なお、光造形装置による成形は PSA 系樹脂の加工に適用されたもので、PSEP 系樹脂の成形は円盤を注型した後、ホブ盤で歯車に加工した。Fig.3 に加工された歯車を示す。

### 4. 成形品の物性に及ぼすポストキュアの影響

光硬化性樹脂の物性は紫外線照射による架橋密度のアンバランスに支配される。つまり成形された成形品の架橋密度は表面層が高く(硬い)、内部層は低い(軟らかい)。このため成形品の応力-ひずみ線図は Fig.4 に示すように鋸歯状の特異なパターンになる。応力-ひずみ線図初期の立ち上がりは PSA ではひずみ 0.02、PSA/PTW 複合材では 0.04 程度で応力がピークに達した直後著しく減少する。

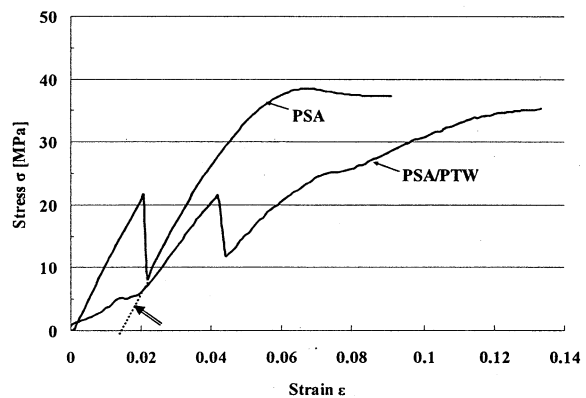


Fig.4 Stress-strain diagrams for PSA and PSA/PTW composites.

このことは初期の立ち上がり部分では架橋密度が高く硬い表面層が負荷応力に対応しているため、応力の著しい減少を示した後、再び増大するのは架橋密度が低く軟らかい内部層が負担するため変形しやすくひずみは著しく増大する。

このように成形品の架橋密度の不均一性を均一化するためポストキュアが必要である。このことについて検討の結果、PSR 成形品の最適ポストキュアタイムは通常 20 分、充填材を含む PSR 複合材においては 30 分程度必要であることを明らかにした。

### 5. 歯車特性に及ぼす充填材の影響

歯車特性を示す PSR および PSR 複合材の歯元曲げ強さは複合化によって 25~30%減少し、強度向上は見られない。

一方、歯車の力学的耐久性を検討するために Fig.5 に示す疲労試験装置を製作した。同装置のモータの回転は自在継ぎ手を介して SUS304 駆動歯車 ( $m=0.5$ 、 $Z=44$ 、 $do=23\text{mm}$ ) から成形歯車に伝達され、

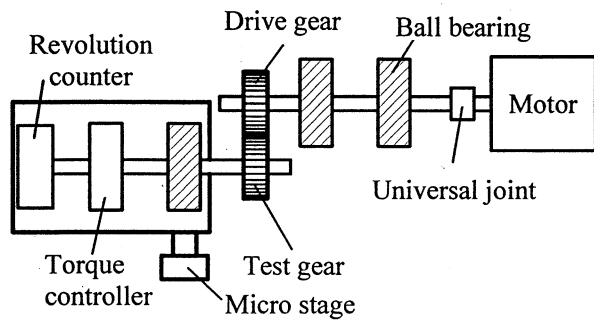


Fig.5 Fatigue testing apparatus for spur gear.

同軸に取り付けられた磁気負荷装置により 10~150 N-mm のトルクが負荷されるようになっている。試験速度は 500rpm、無潤滑運転で、成形歯車の破壊によって回転運動が停止したときの回転数  $N$  (繰り返し数) を積算回転計から読み取り、このときの負荷応力振幅を疲労強度とした。繰り返し負荷応力は先の負荷トルクをルイスの式に代入して求めた歯元曲げ応力を応力振幅  $S$  とした。なお、測定は、片振り、平均応力  $\sigma_m=0$  の条件下で行ない、S-N 線図から耐久性を評価した。

PSR 及び PSR 複合材歯車の力学的耐久性、すなわち、光硬化性樹脂 PSA、PSEP と汎用の POM、PC を比較すると PSR の疲労強度は POM に比べ著しく低く、また光硬化性であってもエポキシ系の PSEP が高く、繰返し荷重に弱い PC にほぼ等しい疲労強度を示す。実際の疲労強度を Fig.6~7 に示す。Fig.6 は PSA 複合材の疲労特性で、PTW、MPTO との複合化では著しい向上は見られないが、 $N=10^6$  回における疲労強度は OMMT との複合化によって約 2 倍向上する。また Fig.7 は PSEP 複合材のもので、疲労強度は複合化によって著しい向上を示し、約 1.3~2 倍高くなる。ここで検討した光造形による光硬化性樹脂の歯車特性について、疲労強度  $\sigma_f$  ( $N=10^6$  回における時間強度)、摩擦係数  $\mu$  及びリングオンプレート方式による比摩耗量  $V_s$ 、 $\times 10^{-2}$  ( $\text{mm}^3/\text{N}\cdot\text{k m}$ ) をまとめて Table 1 に示す。

## 6. 結 言

光造形法を用いた光硬化性樹脂複合材の成形から成形品特性、すなわち歯車特性を中心に成形加工法と樹脂の特徴について述べた。その集約とも言える結論は Table 1 にまとめた。

光硬化性樹脂の歯車特性は充填材効果により 1.3

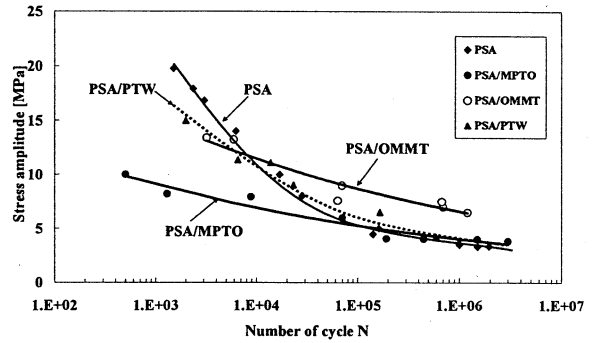


Fig.6 S-N curves for neat PSA and various PSA composites gears

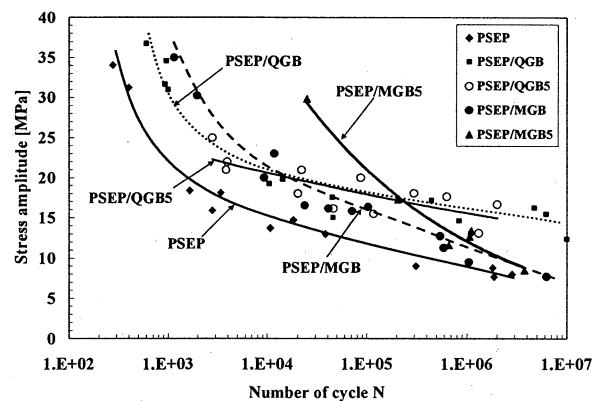


Fig.7 S-N curves for neat PSEP and various PSEP composites gears.

Table 1 Gear properties of PSR, PSR composites and POM

Material	$\sigma_f$ (at $N=10^6$ )	$\mu$	$V_s$
PSA	3.52	0.68	17.9
PSA/MPTO	4.03	0.71	11.0
PSA/OMMT	7.23	0.81	24.5
PSEP	8.79	0.59	8.50
PSEP/MGB	11.34	0.59	6.90
PSEP/MGB5	13.41	0.58	2.99
PSEP/QGB	16.03	0.64	7.84
PSEP/QGB5	16.79	0.63	3.53
POM	32.5	—	—

~2 倍程度向上する。特に、歯車特性の著しい向上は PSEP 系光硬化性樹脂に見られ、PSEP/MGB5 又は PSEP/QGB5 複合材は疲労強度が高いばかりでなく摩擦係数と摩耗量が小さい値を示すことから、この系におけるマイクロギヤの素材材として最適であると結論付ける事ができる。しかしながら、一つの歯車成形

に要する加工時間が3～4時間に及ぶことから生産性および成形品の寸法精度の面でさらなる改善が必要であるように思われる。

#### 参 考 文 献

- 1) 堀口真裕、鈴木健介、久保田和久、佐藤貞雄、光造形によるコンポジット歯車の成形と歯車特性に関する研究、*成形加工*06、67-68 (2006)
- 2) 堀口真裕、高瀬一也、佐藤貞雄、光造形によるコンポジット歯車の成形と歯車特性について、*成形加工*07、169-170 (2007)
- 3) 堀口真裕、高瀬一也、片岡 誉、佐藤貞雄、光硬化性樹脂の歯車特性に及ぼす充填材の影響、*第19回 高分子加工技術討論会*、39-40 (2007)
- 4) 堀口真裕、鈴木健介、高瀬一也、佐藤貞雄、光造形による光硬化性樹脂複合材平歯車の成形加工と歯車特性、*成形加工*、20 (2)、131-137 (2008)

### 第3章 マイクロスケールの計測・評価技術



## 3.1. マイクロスケールの計測の特徴

杉井 康彦

### 1. 緒 言

計測すべき物理量として、長さ、質量、電流、温度、物質量などの基本量および加工精度などの評価のための形状や表面粗さ、マイクロ熱流体デバイスなどの温度、圧力、流量、流速、濃度、pH、マイクロマシンなどの加速度、応力、歪、硬度、抵抗、電場、磁場などがある。また、マイクロ化学分析デバイスやマイクロ流体デバイス内の細胞やたんぱく質、DNAなどの生体試料の大きさ・質量や構造などの計測も重要である。マイクロスケールでは、計測対象が小さいために、長さや電流などの物理量自体が小さくなるだけでなく、速度や加速度なども小さくなる場合が多い。そのため、バルクスケールの計測法を適用しただけでは、信号が小さいためにS/N比が悪くなり、計測精度が不十分となる。さらに、計測対象が小さいため、高い空間分解能が必要なり、計測プローブ自体のマイクロ化なども求められる。

これまでに、マイクロスケールのシステムの物理量を計測する方法として、非接触式の計測法として、光学的手法である光学顕微鏡<sup>(1)</sup>、共焦点顕微鏡<sup>(2)</sup>、電子顕微鏡<sup>(3)</sup>、顕微ラマン分光<sup>(4)</sup>、顕微フーリエ変換赤外分光(FTIR)<sup>(5)</sup>、核磁気共鳴分光(NMR)<sup>(6)</sup>、熱レンズ顕微鏡(TLM)<sup>(7)</sup>、表面プラズモン共鳴測定(SPR)<sup>(8)</sup>、などが、接触式の計測法として、原子間力顕微鏡(AFM)<sup>(9)</sup>、走査型トンネル顕微鏡(STM)<sup>(10)</sup>、熱電対、走査型熱顕微鏡(SThM)<sup>(11)</sup>などが開発されている。なお、マイクロスケールの速度分布や濃度・温度・pH分布などの計測法の詳細は、3.2 マイクロスケールの流れの計測で、マイクロスケールの伝熱評価技術は、3.3 マイクロスケールの伝熱評価技術で述べる。また、加速度センサやガスセンサなどのマイクロマシンは3.4 マイクロスケールセンシングで述べる。

本項では、マイクロスケールの計測対象の物理量で計測法を分類し、その概要について述べる。

### 2. 計測手法

**2-1 長さ・形状・表面粗さ** 加工精度の評価などのための長さや形状などの計測では、非接触式の光学顕微鏡や電子顕微鏡などを用いて視野を拡大し、CCDカ

メラなどで撮影し、得られた2次元画像データをコンピュータなどで解析して求める方法や、微小なプローブを計測対象に接触させて走査して計測する方法がある。

**2-1-1 光学顕微鏡<sup>(1)</sup>** 光学顕微鏡を用いた非接触式の計測では、レンズなどの光学系による制限とカメラなどの撮影装置による制限とを考慮する必要がある。微細なものを再現するレンズの性能の限界を、レンズの解像力と言い、解像力  $d$  は、

$$d = \frac{0.61\lambda}{NA} \quad (1)$$

であらわされる。

ここで、 $\lambda$ は観察に用いる光の波長、NAは開口数(Numerical Aperture)である。

この式より、レンズのNAが大きいほど、光の波長が短いほど、微細なものを結像することが可能となる。

微小な粒子を顕微鏡を用いて観察する場合、散乱光によって実際の粒子径と異なって観察される。像平面上での粒子像の大きさ  $d_e$  は、

$$d_e = \sqrt{M^2 d_p^2 + d_{sp}^2} \quad (2)$$

であらわされる。

ここで、Mは光学系の倍率、 $d_p$ は粒子径、 $d_{sp}$ は回折によるエアリディスク直径である。

理想的な光学系では、エアリディスク直径  $d_{sp}$  は、

$$d_{sp} = 1.22(1+M) \frac{n\lambda}{NA} \quad (3)$$

であらわされる。

この式より、粒子径が0.1 $\mu$ m程度以下では、回折限界によるエアリディスク直径が支配的となり、粒子径に依存しなくなる。このことから、光学顕微鏡では、0.1 $\mu$ m以下の微小な粒子径の計測が困難であることがわかる。また、粒子からの散乱光強度は、粒子径が照明光の波長より小さい場合では、 $d_p^6$ に比例し、それより大き

い場合では $d_p^2$ に比例する。つまり、小さな粒子は散

乱光強度が急激に減少するために暗くなり、観察が困難となる。

一方、深さ方向の解像度は、焦点深度で定まります。焦点深度とは、図1に示すような顕微鏡で試料面を観察・撮影する時に焦点が合っている位置から対物レンズと試料面との距離を変えても、焦点が合っている範囲を指します。焦点深度  $\delta z$  は、

$$\delta z = \frac{n\lambda}{NA^2} + \frac{ne}{NA \cdot M} \quad (4)$$

であらわされる。

ここで、 $n$ は屈折率、 $e$ は撮影素子の分解能である。

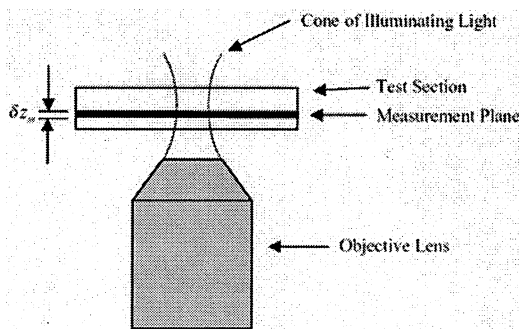


Fig. 1 Depth of focus

微小な高さを高精度で計測するためには、深さ方向の分解能、つまり焦点深度を小さくする必要があります。

しかし、(3.1.4)式のように、焦点深度は対物レンズの性能と照明光の波長で定まる。焦点深度を小さくする方法として、共焦点顕微鏡<sup>(2)</sup>が開発されている。共焦点とは、光源と光検出器が対物レンズに対して光学的に共役の位置関係にあること、すなわち光源の一点から出た光が検出器の一点に集まる状態をいいます。共焦点顕微鏡では、検出器の前に焦点と共役の位置にピンホールが設置して、焦点位置からのみの散乱光を選択して、ボケ像の原因となる上下方向からの光を遮断することができます。焦点が合った部分だけの散乱光・蛍光を検出することができます。このため、焦点深度を小さくすることが可能となり、深さ方向の分解能を上げることができます。共焦点顕微鏡を深さ方向にも走査することにより、対象の3次元形状を得ることができます。

**2・1・2 電子顕微鏡<sup>(3)</sup>** 電子顕微鏡には大別して走査型と透過型とがあり、それぞれ目的や観察対象が異なる。走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope; SEM)では加速電圧10~30kV程度の電子プローブを試

料表面で走査し、検出器と同期させて画像を得る。反射電子や二次電子の放出方向が表面敏感であることを利用してコントラストをつけて、表面形態を可視化することができる。対象の表面の形状や凹凸の様子、比較的表面に近い部分の内部構造を観察するのに優れている。ただし、観察対象が導電性のないものの場合、電子線をあて続けると表面が帯電して反射する電子のパターンが乱れるため、観察対象の表面をあらかじめ導電性を持つ物質でうすくコーティングしておく必要がある。

一方、透過型電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope; TEM)は80kV~3MV程度の電子が薄膜試料を透過し、材料構成原子との弾性・非弾性相互作用によってコントラストをつけて、主として試料の内部情報を可視化することができる。電磁コイルを用いて透過電子線を拡大し、電子線により光る蛍光板にあてて観察したり、フィルムやCCDカメラで画像を撮影する。観察対象を透かして観察するため、薄く切ったり、電子を透過するフィルムの上に塗りつけたりして観察する必要がある。加速電圧200kV程度の代表的な電子顕微鏡では、電子の波長は0.00251nmである。つまり光学顕微鏡とは異なり、光の波長は分解能を支配する主因子ではなく、電子銃の単色性や安定性、6~8枚のレンズの収差、そして試料の出来具合などに支配される。現在ではその分解能が0.1nmに達している。

**2・1・3 原子間力顕微鏡<sup>(4)</sup>** 原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscope; AFM)では、試料と探針の原子間にはたらく力を検出して画像を得る。原子間力はあらゆる物質の間に働くため容易に試料を観察することができるため、絶縁性試料の測定も可能である。また電子線を利用するSEMのように導電性コーティングなどの前処理や装置内の真空を必要とする事もない。このため、大気中や液体中、または高温~低温など様々な環境で、生体試料などを自然に近い状態で測定できる。

図2に、典型的な原子間力顕微鏡の構造を示す。微小なカンチレバーで物体表面を走査し、原子間力によって生じるカンチレバーの変位を検出することで、計測を行う。カンチレバーの変位を量が微小であるため、カンチレバーにレーザー光を照射し、その変位によって反射光の光軸が変化することを検出する。図3に計測された金属表面の様子を示す。

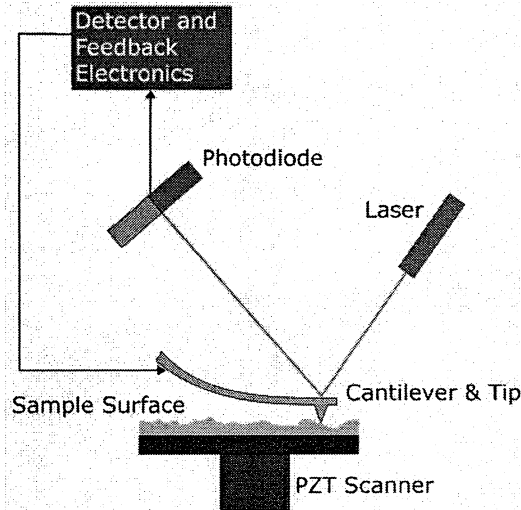


Fig. 2 Atomic Force Microscope <sup>(7)</sup>

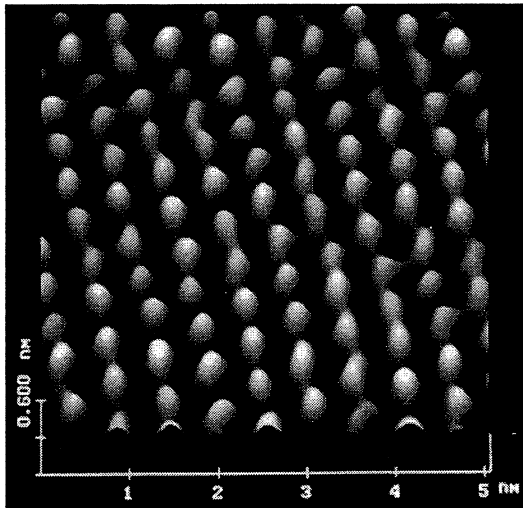


Fig. 3 Surface atoms on freshly cleaved MICA <sup>(9)</sup>

**2・2 温度** 走査型熱顕微鏡 (SThM, Scanning Thermal Microscope) <sup>(10)</sup>は、原子間力顕微鏡 (AFM, Atomic Force Microscope)のカンチレバー (片持ち梁) プローブに温度計測機能を付加したもので、数 10nm 以下の高い空間分解能で試料表面の形状と温度や熱物性分布を同時に画像計測することが可能である。図 4 に微細加工技術で製作した SiO<sub>2</sub> 製多機能カンチレバーの顕微鏡写真を示す<sup>(11)</sup>。全長 260μm、厚さ 3μm のカンチレバー上にはサーモパイル、熱電対、ヒータがクロムとニッケル薄膜で形成されている。

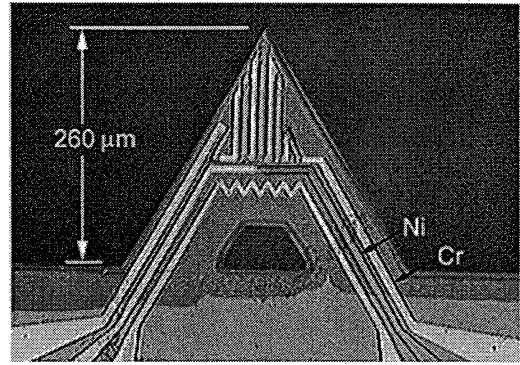


Fig. 4 Optical microscopic image of the multi-function thermal cantilever probe with thermopile, heater, and thermocouple on SiO<sub>2</sub> body <sup>(11)</sup>

**2・3 物質・分子の構造・状態** マイクロ化学分析やマイクロ流体デバイスなどでは、その内部で化学反応などを行い、その物質や状態・構造を知ることは非常に重要である。しかしながら、マイクロスケールのデバイスでは、デバイス内の物質も微量となる。そのため、その濃度や分子の構造・状態の検出も高感度である必要がある。

**2・3・1 分光法** 分光法とは、物質とその濃度などに依存して、吸収や蛍光のスペクトルが変化することを利用した分析法である。これまでに、バルクスケールの溶液などの分析に活用されている。これを顕微鏡下で用いることで、マイクロ流路内の溶液の分析に利用されている。

吸光度  $A$  は、

$$A = -\log T = -\log \left( \frac{I}{I_0} \right) = \epsilon l C \quad (5)$$

であらわされる。

ここで、 $T$ は試料の透過率、 $I$ が入射光強度、 $I_0$ が透過光強度、 $\epsilon$ はモル吸光度、 $l$ は試料の厚さ、 $C$ はモル濃度である。物質の光の吸収は、光の波長に依存するので、透過光のスペクトルを分析することによって、物質の種類や濃度を検出することができる。

蛍光は、分子あるいは分子集合体が電子励起状態から電子基底状態に戻る際に放出される光であり、蛍光およびりん光がある。蛍光はナノ秒以下の時間に起り、りん光はそれより遅い時間に起る。蛍光スペクトルは、物質に依存するため、蛍光を分析することによって、物質の種類や濃度を求めることができる。

計測対象の物質の濃度によって蛍光強度が異なる蛍光物質を用いて、濃度の計測や非常に小さくて観察が



出来ない物質に蛍光物質を結合させて観察する方法などがある。例えば、透明で観察が困難な細胞膜や核を蛍光染色して観察したり、細胞内で産生された NO や  $\text{Ca}^{2+}$  の計測などがある。

**2・3・2 顕微ラマン分光法**<sup>(4)</sup> 顕微ラマン分光法では、ラマン散乱光の振動数と入射光の振動数の差（ラマンシフト）は物質の構造に特有の値をとることから、ラマン効果は赤外分光法と同様に分子の構造や状態を知ることができる。物質にある波長の光を当てると、同じ波長の光が散乱（レイリー散乱）する。しかし、一部の散乱光は、その物質を構成する分子の振動に応じて、波長が変化し、これらをラマン効果と呼ぶ。波長の変化した散乱、つまりラマン散乱のうち、振動数が小さいくなる、波長の長くなるものをストークス散乱と呼び、逆に振動数の大きくなる、波長の短くなるものをアンチストークス散乱と呼ぶ。ただし、ラマン散乱光は蛍光などに比べて非常に微弱であり、ラマン散乱光より  $10^4$  倍程度強いレイリー散乱光が発生する。つまり、非常に微弱なラマン散乱光を、はるかに強いレイリー散乱光が存在下で検出する必要がある。

ラマン分光の特徴として、分子振動によってラマン散乱光の波長が変わるため、同じ炭素の結晶でもグラファイトとダイヤモンドとを区別することが可能である。そのため、カーボンナノチューブの研究などに威力を発揮しており、さらに同じ物質でも応力などラマン散乱が変化することから、半導体などの微細欠陥解析にも利用されている。また、空間分解能が  $1\ \mu\text{m}$  程度である。

**2・3・3 顕微フーリエ変換赤外分光法**<sup>(5)</sup> 顕微フーリエ変換赤外分光法（Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR）では、測定対象の物質に赤外線を照射し、透過（あるいは反射）光を分光することでスペクトルを得て、対象物の特性を知る方法のことをいう。対象物の分子構造や状態を知るためことができる。物質に赤外線を照射すると、それを構成している分子が光のエネルギーを吸収し、量子化された振動あるいは回転の状態が変化する。したがって、ある物質を透過あるいは反射させた赤外線は、照射した赤外線より分子の運動の状態遷移に使われたエネルギー分だけ弱いものとなっている。この差を検出することで、分子に吸収されたエネルギー、言い換えれば対象分子の振動・回転の励起に必要なエネルギーを求めることができる。照射した赤外線の波数を横軸に、吸光度を縦軸にとることで得られる赤外吸収スペクトルは、分子に

固有の形を示し、対象とする物質がどのような構造であるかを知ることができる。

**2・3・4 核磁気共鳴法**<sup>(6)</sup> 核磁気共鳴（NMR、Nuclear Magnetic Resonance）は、外部静磁場に置かれた原子核が固有の周波数の電磁波と相互作用する現象である。核磁気共鳴分光法は、この固有の周波数が分子内でのその原子の環境によってわずかに変化する事を利用して、物質の分析する方法である。 $^1\text{H}$  や  $^{13}\text{C}$  などの原子核は、核スピンと呼ばれる量子を持っており、磁石と似た性質を持っている。通常、コマのように自転しているが、強い磁界の中に入れると磁界の周波数によって磁気エネルギーの吸収が起こる。この吸収状態を共鳴と呼び、吸収量を信号として測定することで分子の状態を計測することができる。

核磁気共鳴法を用いて、ナノチャンネルの幅を変化させて、チャンネル内の水を計測し、チャンネル幅が小さくなるとバルクスケールの水と異なる物性を示すことが報告されている<sup>(12)</sup>。

**2・3・5 熱レンズ顕微鏡**<sup>(7)</sup> 熱レンズ顕微鏡（Thermal-Lens Microscopy）は、光熱変換分光法の1つで、物質の光吸収後に放出される熱による屈折率変化を利用した分光法であり、非蛍光物質の計測が可能である。物質の吸収に基づく分光法なので汎用性が高く、 $10\ \mu\text{m}$  程度の光路長があれば吸光度にして  $10^{-8}$  程度を検出できる超高感度検出法である。

図5に示したように、試料に対して光吸収の大きい波長を励起光として、光吸収のない波長をプローブ光として試料の存在する溶媒中に照射する。溶媒内に励起光を吸収する物質がある場合には、その物質が励起光を吸収し、励起光の吸収で得られたエネルギーが熱エネルギーとして溶媒中に放出され、溶媒の温度上昇が起こります。励起光の強度分布と熱拡散によって、励起光の光軸周りには高い温度勾配が形成され、水などの液体の場合、屈折率は温度上昇により下がるため、励起光光軸の中心ほど屈折率が低く、周辺部ほど屈折率の高い状態になる。つまり、この屈折率分布は光学的には凹レンズと等価となり、熱による溶媒の屈折率変化によって、あたかもその場にレンズが存在するような光学的効果が誘起される。熱レンズの度は発生した熱量、すなわち試料の量・濃度によって決まるため、熱レンズの度の測定から試料の定量が可能となる。この熱レンズの度をプローブ光を用いて検出する。

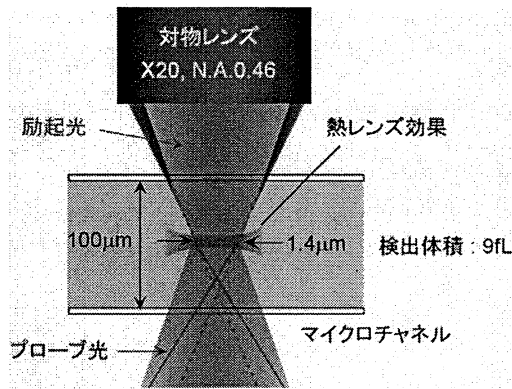


Fig. 5 Thermal lens microscopy<sup>(7)</sup>

**2-3-6 表面プラズモン共鳴法<sup>(8)</sup>** 表面プラズモン共鳴法(Surface Plasmon Resonance)では、金属表面や金属表面の分子の状態を高感度で検出することが可能である。表面プラズモン共鳴現象によって、金膜表面上約  $1\mu\text{m}$  程度の限られた範囲内で起こる反応を、結合した物質固有の誘電率変化によって検出する。

金属薄膜の裏面の照射光は、全反射すると同時に金属膜側に微弱なエネルギー波(エバネッセント波)を生じます。また誘電体に接触した金属表面では粗密波(表面プラズモン)が発生し、両者の波数が一致したときに共鳴して反射光が減衰する表面プラズモン共鳴現象が生じる。誘電率(屈折率の2乗)はエバネッセント波に影響し、表面で引き起こされる物質間の相互作用は、誘電率に差異を生じるため、これが表面プラズモンに影響し共鳴の変化として捉えることができる。

### 3. 結 言

マイクロスケールの計測では、計測対象が微小であるだけでなく、物質量が微小であるために、S/Nが悪くなり、ノイズの除去や高感度化が非常に重要となる。これまでに、種々の計測法が開発されており、多くの成果を挙げているが、さらなる高感度化、高精度化および空間分解能、時間分解能改善が望まれている。

### 文 献

- (1) Born, M. et al., E., Principles of optics, Oxford, Pergamon Press (1997).
- (2) Wilson T., Masters, B. R., Confocal microscopy: Introduction to the feature issue, Appl. Opt. 33, 565-569 (1994)
- (3) Williams D.B., Carter C.B., Transmission Electron Microscopy, Plenum (1996)
- (4) Raman C. V., Krishnam K. S., A New Type of Secondary Radiation, Nature, 121, (1928) 501-502.
- (5) Colthup N. B. et al., Introduction to infrared and Raman spectroscopy, 3rd Edn Academic Press, (1990).

- (6) Rabi, I. I., Zacharias, J. R., Millman, S. and Kusch, P., A New Method of Measuring Nuclear Magnetic Moment, Physical Review, 53, (1938) 318-318
- (7) Uchiyama K et al., Thermal Lens Microscope, Jpn. J. Appl. Phys., 39, (2000) 5316-5322.
- (8) Homola J et al., Surface plasmon resonance sensors: review, Sensors & Actuators: B. Chemical, (1999)
- (9) Sarid D., Scanning Force Microscopy, Oxford University Press, (1991)
- (10) Williams C.C., Wickramasinghe H.K., Scanning thermal profiler, Appl. Phys. Lett 49, 23 (1986) 1587-1589.
- (11) 中別府, 土方, M. Chandrachood, J. Lai, A. Majumdar, :原子間力顕微鏡を用いた微小スケール温度場の計測, 機論 B, 62, (1996) pp.284-290
- (12) Tsukahara T, et al., NMR Study of Water Molecules Confined in Extended-Nano Spaces, Angewandte Chemie International Edition, 46(7) (2007) 1180-1183

### 3.2. マイクロスケールの流れの計測

杉井 康彦

#### 1. 緒 言

脳血管障害・心臓病・高血圧などに代表される循環器系疾患の増加に伴い、微小な血管内の流れ場を把握することは重要な課題となっている<sup>(1)</sup>。また、近年、マイクロ化学分析システム、マイクロリアクタなどの化学システム、血液、タンパク質やDNAなどの分析、細胞培養などのバイオMEMS (Micro Electro Mechanical Systems)やマイクロ光スイッチやインクジェットプリンタなどの情報通信機器など、マイクロマシンの研究・開発が多くなされている<sup>(2)</sup>。特に、流体を用いた微小流体機器が注目されており、その要素部品であるマイクロポンプ、マイクロバルブ、マイクロミキサなど研究・開発も重要となっている。

このような微小流体機器の開発には、マイクロスケールでの流体の振る舞いを知ることが重要であり、そのためにマイクロスケールの流れの計測法が開発され、様々な流れ場に適用されている。マイクロスケールの流れの計測では、そのサイズが微小であるため、従来の計測・解析手法では、プローブの大きさの制限から計測が困難であり、空間分解能が不足するなどの問題がある。近年、速度場計測法であるマイクロPIV法<sup>(3-11)</sup>やマイクロMTV法<sup>(12-16)</sup>、濃度、温度、pH場計測法であるマイクロLIF法<sup>(17-20)</sup>などのマイクロスケールの流れ場を可視化する手法が開発されている。本項では、速度場や温度場などの可視化計測法について述べる。

#### 2. 速度場計測法

**2-1 マイクロ PIV** 流れ場の速度分布を求める手法である粒子画像流速測定法 (Particle Image Velocimetry: PIV)<sup>(21)</sup>を、光学顕微鏡を用いて視野を拡大し、空間分解能をマイクロ領域に拡大したマイクロPIV法が提案されている。従来のPIVでのシート状にしたレーザー光の代わりに、計測対象がシート光の厚みより微小であるため、対象全体を照明し、顕微鏡の被写界深度を用いて奥行き方向の観察領域を限定する<sup>(22)</sup>。さらに、計測対象などによるレーザー光の散乱光が粒子の散乱光に比べ強くなり、それが画像ノイズとなるため、蛍光粒子を用いて、蛍光のみをカラーフィルタを用いて観

察するなどの工夫が必要となり、微弱な蛍光を観察するために、冷却 CCD カメラなどの高感度カメラが用いられる。図1に典型的な計測システムを示す。落斜蛍光顕微鏡に、60倍の油浸対物レンズ (Numerical Aperture: NA:1.4) が取り付けられている。光源としてダブルパルス Nd:YAG レーザ (532 nm) を用い、プリズムを用いて落射照明にし、蛍光粒子の蛍光 (560 nm) のみを光学フィルタで透過させ、高感度冷却 CCD カメラ (1300×1030 画素, 12 bit) で撮像する。粒子径は、0.2~1.0 $\mu\text{m}$  程度のもが多く用いられている。得られた蛍光粒子画像に PIV 法を用いて解析し、1 $\mu\text{m}$  以下の空間分解能の速度分布を求めることができる。さらに、マイクロステレオスケールの流れの3次元速度場を求める手法<sup>(10-11)</sup>なども提案されている。

通常、得られる粒子画像には、焦点がぼけた粒子が背景ノイズとして観察されるため計測精度が低下する<sup>(23)</sup>。さらに1 $\mu\text{m}$ 以下の微小な粒子を用いるためブラウン運動の影響が無視できなくなるなどの問題がある。

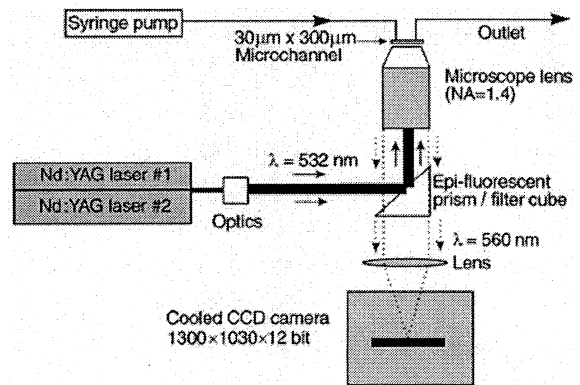


Fig. 1 Micro PIV system <sup>(3)</sup>

マイクロ PIV システムをマイクロチューブ内の流れに適用して得られた蛍光粒子画像の例を図2に示す<sup>(7)</sup>。マイクロチューブの内径は100 $\mu\text{m}$ であり、水の屈折率とほぼ同じ値を持つFEP (Fluorinated Ethylene Polymer) 製である。マイクロシリンジポンプを用いて一定流量で流した。対物レンズは40倍の水浸レンズであり、NAは0.8である。蛍光粒子は、粒子径が1.0 $\mu\text{m}$ であり、535 nmで励起し575 nmの蛍光を発する染料を含有している。波長が532 nm、ダブルパルス Nd:YAG レーザで照射し、550 nm以上の光のみを透過する光学フ

フィルタによって蛍光だけを観察した。得られる蛍光が非常に微弱であるため、ペルチェ素子によって-12℃まで冷却する高感度 CCD カメラを用いた。なお画素数は 1280×1024 画素で、輝度階調は 12bit、フレームレートは 8 frame/sec である。図 3 に得られた時間平均速度分布図を示す。得られた速度場の空間解像度は、2.0×2.0 μm である。なお、表示のため横方向の速度分布の解像度を落として示している。粒子密度が小さいにも関わらず、過誤ベクトルが見られず、良好な結果が得られている。最大流速は、6.0 画素/frame、10mm/sec である。管中央付近で最大値をとり、壁面に近づくにつれて、小さくなる典型的な層流の速度分布となっている。壁極近傍まで速度ベクトルが求められていることが確認できる。また、壁に垂直方向の速度成分がほぼ 0 となっている。

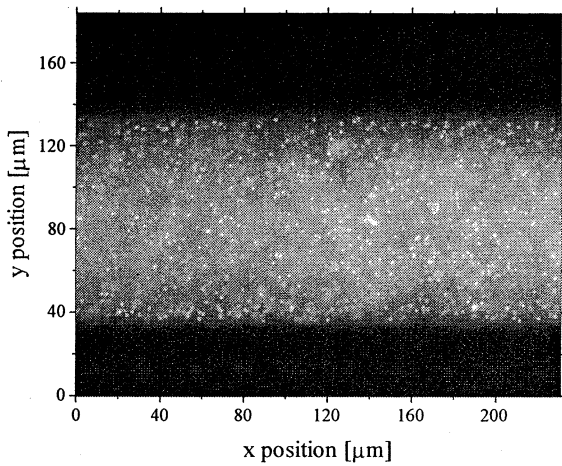


Fig. 2 Fluorescent particle images in microtube <sup>(7)</sup>

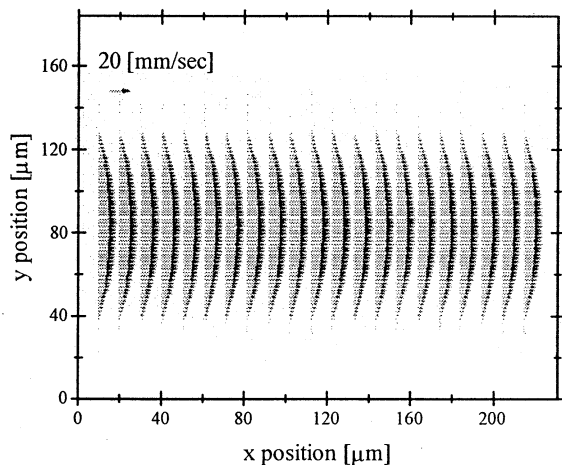


Fig. 3 Time-averaged velocity distribution in microtube <sup>(7)</sup>

図 4 に、時間平均速度場の中央縦断面の軸方向速度分布を示す。横軸に示した位置は管の半径で正規化している。断面に沿って 51 点の速度場が、2.0 μm 間隔で得られている。得られた速度分布は、層流の理論解であるポアズイユ流の分布とよく一致しており、高い計測精度の速度分布の計測が実現できている。

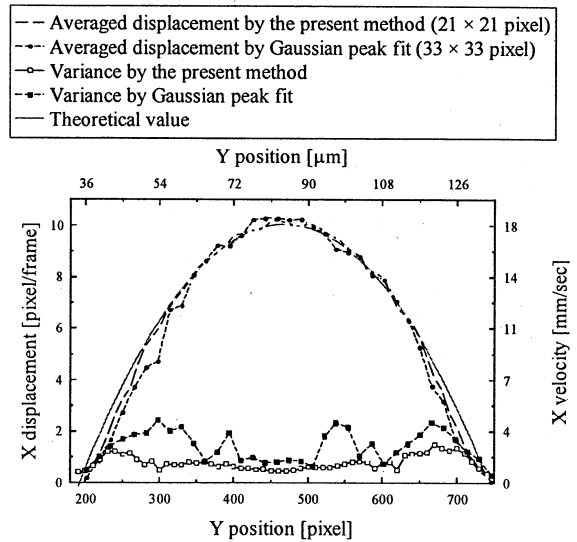


Fig. 4 Time-averaged axial velocity profiles in microtube <sup>(7)</sup>

**2.2 マイクロ MTV** マイクロ PIV 法では、流れ場に蛍光粒子を混入する必要があるため、得られる速度場が粒子のブラウン運動の影響や電気泳動の際の電気的な影響を受ける。そのため、粒子の代わりに蛍光染料などをトレーサに用いる方法が提案されている。特に、かご化蛍光染料(Caged fluorescent)を用いたマイクロ MTV(Molecular Tagging Velocimetry)法が電気浸透流(Electroosmotic flow)の計測に利用されている。かご化染料は、通常は非蛍光であるが、紫外光などを照射すると光分解され、励起光を照射すると蛍光を発する。図 4 に得られた速度分布の可視化画像の例を示す <sup>(12)</sup>。断面形状が上部の幅 75 μm、下部の幅 20 μm 台形、深さ 30 μm の PDMS(polydimethylsiloxane)製のマイクロチャンネル内の圧力駆動による流れ場を対象とする。波長 337 nm の紫外パルスレーザを 5 倍の対物レンズを用いて幅 5 μm のスリット状に集光して染料を光分解し、水銀ランプと蛍光フィルタを用いて励起光を落射で照明している。図上部が紫外レーザを照射した時刻であり、50 msec 毎の画像を示している。観察領域は、300 × 80 μm である。線状になった蛍光部(タイムライン)の移動距離から、速度を求めることができる。なお、時間が経過するにしたがって蛍光の幅が広がっているのは、染料の拡散によるものである。計測精度の向上

には、光分解させるために用いたレーザ光の厚さや染料の拡散距離が重要となる。

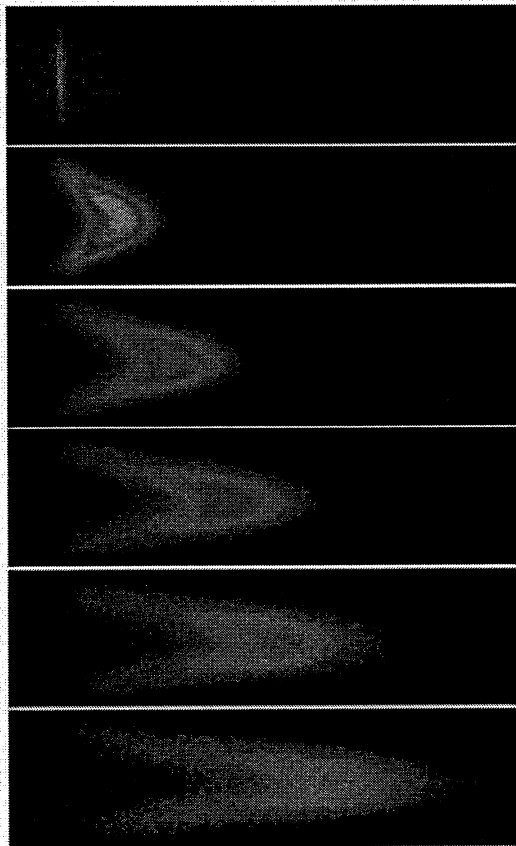


Fig. 4 Caged fluorescent images by Molecular Tagging Velocimetry<sup>(12)</sup>

### 3. スカラー場計測

LIF(Laser Induced Fluorescence) 法とは、濃度、温度や pH などに依存した強さの励起光を発する蛍光染料を用いて、スカラー場を求める方法である<sup>(24)</sup>。微小機械では、特にマイクロミキサのミキシング性能を評価するために、流体に染料を混ぜ、定性的な可視化が行われている。また、前述したマイクロ PIV 法と同様に光学顕微鏡を用いてマイクロスケール場に適用し、温度、濃度や pH などの定量計測が可能なマイクロ LIF 法が開発されている。図 5 にマイクロ LIF 法を用いて求めた化学反応を伴う流れ場の pH 場計測例を示す<sup>(19)</sup>。図 5 に示したマイクロチャンネル内に 2 つの入口から、それぞれ 0.01 mol/L の酢酸水溶液とアンモニア水溶液を流した合流部における中和反応をともなう流れ場の pH 場を計測した。得られた pH 分布の空間解像度は  $0.89 \times 0.89 \mu\text{m}$  であり、高解像度・高精度での計測が可能となっている。マイクロ PIV 法を用いて計測した結

果から、チャンネル中央付近で最大流速  $0.3\text{mm/sec}$  をとり、チャンネル端の壁で 0 となる層流の理論解であるポアズイユ流となっていることが確認できた。また、中和反応によってチャンネル中央付近で  $\text{pH}=7.0$  になっており、下流に行くに従って混合が進んで行く様子が確認できる。得られた結果は、拡散方程式を用いて求めた理論値より拡散が早く進んでいることを示唆している。

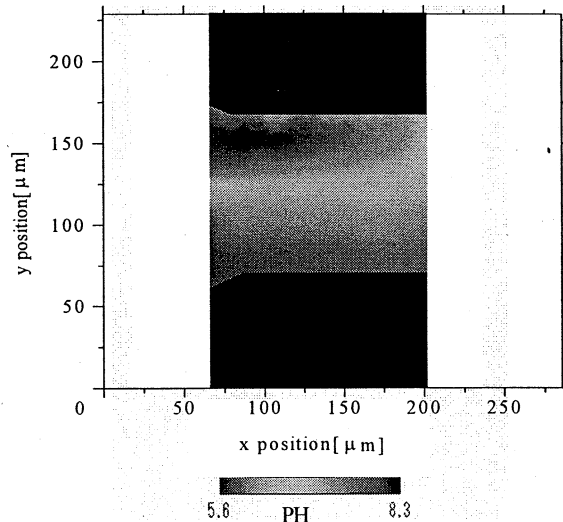


Fig. 5 pH distribution obtained by Micro LIF<sup>(19)</sup>

### 4. 結 言

マイクロスケールの流れの速度分布計測法であるマイクロ PIV 法およびマイクロ MTV 法、温度や pH 分布の計測法であるマイクロ LIF 法を概説した。マイクロスケールの流れでは、光学顕微鏡などを用いて流れ場を拡大して観察するため、画像の S/N が悪くなり計測精度が低下するため、光学系や照明方法などの改善が重要となる。さらに、トレーサ粒子のブラウン運動や物質の拡散などが、計測精度に影響を与えるなど、スケールが小さいために起因することを考慮する必要がある。

### 文 献

- (1) 東健彦, 神谷瞭: 微小循環—医学と理工学の接点—, コロナ社 (1983).
- (2) 藤田博之: マイクロマシン, 電気工学ハンドブック第 6 版, 電気学会, (2001).
- (3) Santiago, J. G., et al.: A particle image velocimetry system for microfluidics, *Exp. Fluids* 25 (1998) pp.316-319.
- (4) Meinhart, C. D., Wereley, S. T., Santiago, J. G., PIV measurement of a microchannel flow, *Exp. Fluids*, 27 (1999) pp.414-419.
- (5) Sugii Y, Nishio S, Okamoto K, In Vivo PIV Measurement of Red Blood Cell Velocity Field in

- Microvessels Considering Mesentery Motion, *Physiological Measurement*, 23, 403-416, 2002.
- (6) 稲葉靖二郎他: サブミクロン蛍光粒子を用いた微小空間における流れ場計測, *機論 B 編*, 68 巻 675 号 (2002) pp. 3033-3040.
  - (7) Sugii Y and Okamoto K, Quantitative Visualization of Micro-Tube Flow Using Micro-PIV, *Journal of Visualization*, 7-1, 9-16, 2004.
  - (8) Shinohara K, Sugii Y, Aota A, Hibara A, Tokeshi M, Kitamori T, Okamoto K, High-speed micro PIV measurements of transient flow in microfluidic devices, *Meas. Sci. Technol.*, 15 1965-1970, 2004.
  - (9) Sugii Y, Okuda R, Okamoto K, Madarame H, Velocity measurement of both red blood cells and plasma of in vitro blood flow using a high-speed micro PIV technique, *Measurement Science and Technology*, 16, 1126-1130, 2005.
  - (10) Ovrzyn B: Three-dimensional forward scattering particle image velocimetry applied to a microscopic field-of-view, *Exp. Fluids*, 29 (2000) pp.S175-184
  - (11) Shinohara K, Sugii Y, Jeong JH, Okamoto K, Development of a 3D scanning micro particle image velocimetry system using a piezo actuator, *Review of Scientific Instruments*, 76, 106109-1-106109-3, (2005)
  - (12) Paul P. H. et al.: Imaging of Pressure- and Electrokinetically Driven Flows through Open Capillaries, *Anal. Chem.*, 70 (1998), pp.2459-2467
  - (13) Herr A. E.: Electroosmotic Capillary Flow with Nonuniform Zeta Potential, *Anal. Chem.*, 72 (2000), pp.1053-1057
  - (14) Susan L. R. et al.: Control of Flow Direction in Microfluidic Devices with Polyelectrolyte Multilayers, *Anal. Chem.*, 72 (2000), pp.5925-5929
  - (15) Ross D. et al: Imaging of Electroosmotic Flow in Plastic Microchannels, *Anal. Chem.*, 73 (2001), pp.2509-2515
  - (16) Shelby J. P. et al.: Mapping Fast Flows over Micrometer-Length Scales Using Flow-Tagging Velocimetry and Single-Molecule Detection, *Anal. Chem.*, 75 (2003), pp.1387-1392
  - (17) Ross D., et al.: Temperature Measurement in Microfluidic Systems Using a Temperature-Dependent Fluorescent Dye, *Anal. Chem.*, 73 (2001), pp.4117-4123
  - (18) Sato Y. et al: Visualization of convective mixing in microchannel by fluorescence imaging, *Meas. Sci. Technol.*, 14 (2003) pp. 114-121.
  - (19) Shinohara K, Sugii Y, Okamoto K, Madarame H, Hibara A, Tokeshi M, Kitamori T, Measurement of pH field of chemically reacting flow in microfluidic device by laser induced fluorescence, *Meas. Sci. Technol.*, 15 955-960, 2004.
  - (20) Shinohara K, Sugii Y, Hibara A, Tokeshi M, Kitamori T, Okamoto K, Rapid proton diffusion in microfluidic devices by means of micro-LIF technique, *Experiments in Fluids*, 38, 117-122, 2005.
  - (21) Raffel, M., Willert, C. E., Kompenhans, J., *Particle image velocimetry*, Springer (1998).
  - (22) Meinhart, C. D., et al.: Volume illumination for two-dimensional particle image velocimetry, *Meas. Sci. Technol.*, 11, (2000) pp.809-814
  - (23) Olsen M G and Adrian R J: Out-of-focus effects on particle visibility and correlation in microscopic particle image velocimetry, *Exp. Fluids*, 29 (2000) pp.S166-174
  - (24) Sakakibara J and Adrian R.J: Whole field measurement of temperature in water using two-color laser induced fluorescence, *Exp. Fluids*, Vol.26 (1999) pp. 7-15

### 3.4. マイクロスケールセンシング

疋田光孝

#### 1. 緒言

マイクロスケールセンシング用のデバイスとして最も良く知られているものに、MEMS 技術を用いた加速度センサやジャイロセンサがある。本報告では、初めに従来の技術である加速度センサに関して簡単に説明する。次に、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用として注目されている弾性表面波(以下 SAW (Surface Acoustic Wave)と略す)を用いた希薄ガス・センサに関して、従来技術および新技術について説明する。

水晶基板の SAW を用いた従来のガス・センサでは、E. J. Staples 等の研究が注目される<sup>(1)</sup>。Electronic Sensor Technology (EST 社)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。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、更に低消費電力かつ小型化の要求に対してまだ多くの課題がある。

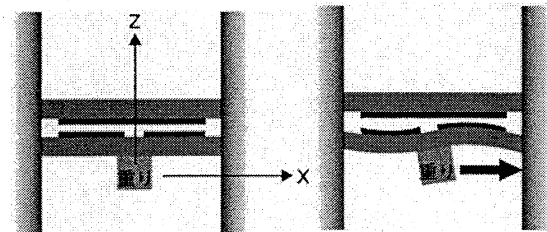
一方、センサ・ネットワークと呼ばれる新概念が提案され<sup>(2)</sup>、無線媒体として、2.4GHz 帯を用いた ZigBee の標準化が進んでいる<sup>(3)</sup>。SAW センサにおける新技術は、センサ・ネットワークへの採用を目的とした物である。EST 社の SAW GC 等との簡単な比較で、センサ・ネットワーク用 SAW ガス・センサについても説明する。

#### 2. MEMS 技術を用いた加速度センサ

近年の半導体 IC の急速な発展により、MEMS などの半導体プロセス装置を用いるデバイスも著しい進歩を遂げている。加速度センサはその代表例であり、自動車用カーナビやカメラの手ぶれ防止などには必須のデバイスとなっている。図 1 に良く知られている加速度センサの断面構造を示す。(a)、(b)図はそれぞれ加速度が無い状態と加速度が加わった状態である。加速度により重りに力が加わり、その応力により重りを支えている Si などの膜に、ねじれ方向の変位が生じる。膜は二重構造になっており、上の膜は重りとは分離しているため変位は生じない。上下の膜は 4 分割され対抗する面に各々電極が形成されている。ねじれ方向の変位は電極間の容量の変化と成って表れるため、各々 x 方向、y 方向の容量の変化を測定

する事により各方向の加速度が求まる。また、垂直方向すなわち z 方向の加速度は、x 方向、y 方向の容量を共通に変化させるため、この共通量を測定する事により求まる。

図 2 に、MEMS 技術により量産されている実際の加速度センサの写真を示す。サイズの的には数 mm 角で、半導体 IC 内に形成し、センサとして必要な周辺回路も同じ IC 内に実現する研究開発も進められている。これ等の加速度センサは、既にカーナビを初め多くのシステムに採用されており、最近ではゲーム機のコントローラや携帯電話への搭載も行われている。



(a) Without acceleration (b) With acceleration

Fig. 1 Acceleration sensor

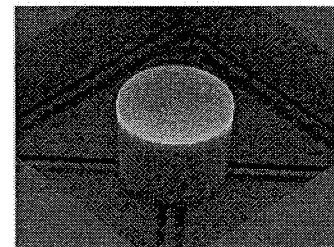


Fig. 2 Actual structure of acceleration sensor

(Back side of device)

#### 3. SAW ガス・センサ

3-1 従来の SAW ガス・センサ MEMS と同様に半導体プロセス装置を利用して開発されているセンサで、加速度センサなどに比べると周波数が数 100MHz と 6, 7 桁高い周波数の振動を利用するセンサに、SAW ガス・センサがある。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((a)図)、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((b)図)。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(c)図)、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。

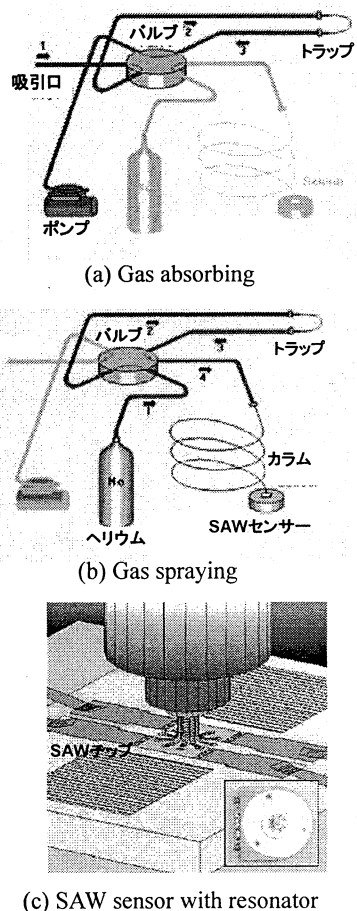


Fig. 3 SAW gas chromatography (EST Corp.)

EST社等の既存のSAWセンサ装置では、図4に示すように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が必要である。

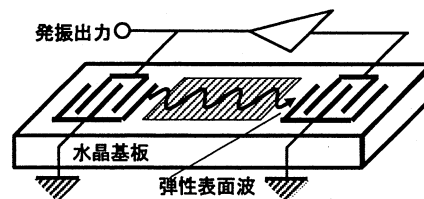


Fig. 4 SAW oscillator-type gas sensor

**3・2 自己温度補償型の SAW ガス・センサ** センサ・ネットワークと言われる新概念が提案された。多数のセンサ・ノードからの情報を移動通信と同様の手段で集約し、それを元に住環境の制御や環境汚染等のモニタを行う。燃料電池自動車の水素漏洩なども同様にセンシングする。ノード用SAWセンサには、1) 小型化、2) 希薄ガスのセンシング、3) 超低消費電力、4) 長時間動作が要求される。センサ・ネットワークでは、2.4GHz帯ZigBeeを無線媒体として用いる<sup>(3)</sup>。

以下の特徴ある新SAWセンサが提案されている。(i) 図5のようにZigBeeで生成する2.4GHzの信号を分周と逡倍で得られる信号によりセンシングする(16分周で150MHz、その3逡倍で450MHz)。SAW発振器は不要で、装置の小型・低消費電力化の要求に応える。

(ii) 基本波と3逡波のSAWを用いてセンシングする。ガス分子が非常に微量の場合は、3逡波(図5の450MHz)を用い高い感度でセンシングする。分子濃度が高い場合は、基本波(図5の150MHz)への切り換えで、高精度・広ダイナミックレンジを実現する。

(iii) 本SAWセンサでは、水晶以外の温度特性は良くないが強圧電効果の変換効率の高い基板を採用出来る。

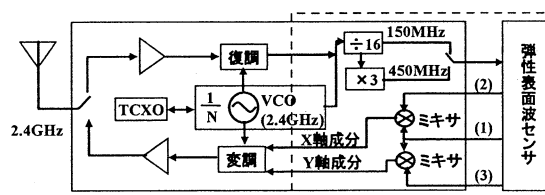


Fig. 5 Sensor node block diagram including new SAW gas sensor

特徴(i), (ii), (iii)は以下のように裏付けられる。図5のセンサ部の拡大を図6に示す。150MHz基



本波入力に対し、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 $L-\lambda_0/8$ 、 $L+\lambda_0/8$ ( $\lambda_0$ はSAWの波長)である。出力(1), (2), (3)の位相関係は、出力(2)の位相をゼロ(X軸上)とすると、出力(3)は、図7(a)に示すようになる。出力(1)は、(2)と(3)の中間に位置し、X軸成分、Y軸成分は $x_1$ ,  $y_1$ である。図5のミキサ(混合器)の性質より、出力(1)と(2)のミキサからはX軸成分 $x_1$ が、出力(1)と(3)のミキサからはY軸成分 $y_1$ 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し、D-1をセンシング用素子とする。ガス分子との結合により出力(1)の位相は、図7(a)の(1)の位置からずれるが、このずれ量は分子の濃度に比例する。また、ずれ量はミキサ出力 $x_1$ ,  $y_1$ でモニタ出来るため、従来のような発振器は必要ない(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、本センサ構成は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いる(特徴(iii))。

SAWを励振するトランスデューサは、基本波と3倍波を励振するが、励振効率等に課題がある。図6の3倍波に対する各出力の位相関係を図7(b)に示す。出力(2)の位相をゼロ(X軸上)とすると、出力(3)は $3\pi/2$ (-Y軸上)となる。これは、図5のミキサ出力で $y_1$ のみ符号を反転すれば良く、3倍波に対しても同様のセンシングが可能であることを示している。しかも、波長が基本波の3分の1のため、感度も3倍になる(特徴(ii))。

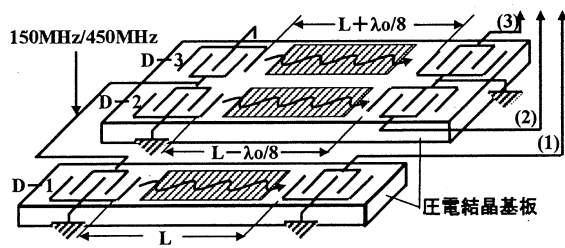


Fig. 6 New SAW gas sensor with three delay lines

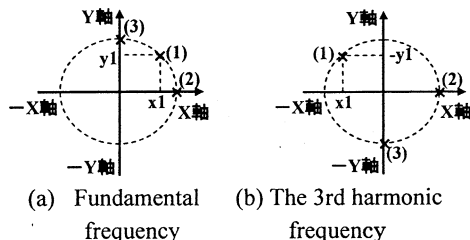


Fig. 7 Phase relations for three delay lines

3倍波は、基本波より励振効率が低く、図7(b)の $x_1$ ,  $-y_1$ 自身も小さく、十分なS/N(Signal/Noise: 信号対雑音比)が確保出来ない。3倍波の励振効率が十分大きいSAW励振用新トランスデューサ構造を設計し、実験により特性を確認した。図8に設計結果を示す。図9(a)に測定結果を示す。図9(b)に素子の拡大写真を示す。電極指の微細化( $5\mu\text{m}/18.5\mu\text{m}$ )と狭間隔化( $5\mu\text{m}$ )を組み合わせたパターン構成である。3倍波が大きく励振されており、本センサの目的に十分応える特性が得られている。自己温度補償型の新しいガス・センサが十分実用的であることを示している。

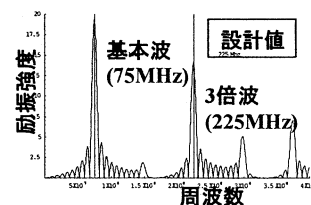


Fig. 8 Design results for new transducer

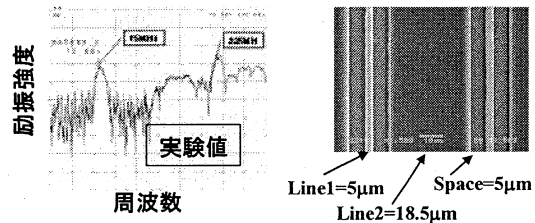


Fig. 9 Experimental results for new transducer

#### 4. 結語

マイクロスケールセンシングに関して、MEMS技術を適用した加速度センサ、最近のSAW技術を用いた希薄ガス・センサを紹介した。特に後者は、今後のセンサ・ネットワークの発展と共に期待される技術である。

#### 文献

- (1) Electronic Sensor Technology HP, "Chemical sensor for the 21st century," (<http://www.estcal.com/>)
- (2) 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.
- (3) 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.

## 第4章 マイクロスケール熱流体のサイエンス



# 4.1. マイクロスケール熱流体のサイエンス

大竹 浩靖

## 1. 概要

18世紀以降、BernoulliやEulerらが体系つけた流体力学およびその後20世紀に確立した伝熱工学は、連続体である流体のエネルギー輸送現象を明らかにする学問体系である。しかしながら、20世紀後半からの科学技術の進展、特に半導体製造技術およびバイオテクノロジーの進展により、従来サイズのメートル（それ以上も含む）～ミリメートルサイズ以下の微細サイズ、すなわち、マイクロスケールの熱流体力学の体系化が必要となった。本章では、このマイクロスケールの熱流体力学の体系化を目的に、現在までに明らかとなったそのサイエンスのまとめを記述する。

## 2. 代表スケールと流れの分類

まず、マイクロスケールの定量化についてまとめる。ミリメートルサイズの代表寸法を有する通常サイズの管路においては、流体は連続体として扱え、固体表面で流速をゼロとおくことができる。これが“連続体流れ・Continuum Flow”である。その代表寸法の減少とともに、希薄流体の効果が始め、流体は連続体として扱えるが、固体表面で流速をゼロとおくことができなくなる。これが“スリップ流れ・Slip Flow”である。さらに、代表寸法が減少するとともに、流体はもはや連続体として扱うことができなくなり、分子の運動を扱うようになる。これが、“自由分子流れ・Free Molecular Flow”である。この流れの分類を定める物理量が、気体の流れに対しては、気体分子の平均自由行程 $\lambda$ であり、この $\lambda$ と代表寸法 $D_h$ との無次元数が、クヌッセン数 $Kn$

$Kn = \lambda / D_h$ である。なお、理想気体の平均自由行程 $\lambda$ は、下式で与えられる。

$$\lambda = \frac{\mu \sqrt{\pi}}{\rho \sqrt{2RT}}$$

ここで、 $\mu$ は粘性係数、 $\rho$ は密度、 $R$ は気体定数、 $T$ は絶対温度である。代表的な気体に対して、常圧常温下では、空気 $0.068 \mu\text{m}$ 、ヘリウム $0.194 \mu\text{m}$ 、水素 $0.125 \mu\text{m}$ 、窒素 $0.066 \mu\text{m}$ となる。この $Kn$ で分類した気体流れのタイプを表1に示す。

表1 クヌッセン数による気体流れの分類

$Kn = \lambda / D_h$	流れのタイプ
$0.001 > Kn$	連続体流れ
$0.1 > Kn > 0.001$	スリップ流れ
$10 > Kn > 0.1$	遷移流れ
$Kn > 10$	自由分子流れ

表1に示すように、連続体流れからスリップ流れ、遷移流れを経て自由分子流れとなる。なお、“遷移流れ・Transition Flow”では、連続体として扱えないものの分子1つ1つを扱うには分子数が大きく、分子群の運動を統計的な確率過程として扱う。

一方、液体流れに対して、液体分子間の拘束力が強く、その流動機構は“hole（空孔）”への液体分子の移動による。よって、液体の流れに対しては、流れの分類を定める物理量が、下式

$$\delta_{hole} = \left[ \frac{V_m}{N_A} \right]^{1/3}$$

で定まる“液体内の空孔間の距離”となる。ここで、 $V_m$ は分子の体積、 $N_A$ はアボガドロ数である。

なお、気液二相流に対しては、粘性に加えて、表面張力 $\sigma$ も重要な物理量となる。この表面張力が関係する長さの物理量がTaylor不安定の臨界波長 $\lambda_{cr,RT}$ であり、下式で与えられる。

$$\lambda_{cr,RT} = 2\pi \sqrt{\frac{\sigma}{g(\rho_l - \rho_g)}}$$

ここで、 $\rho_l$ は液体の密度、 $\rho_g$ は気体の密度、 $g$ は重力加速度である。水-水蒸気系に対しては $15.7 \text{mm}$ であり、この値以下では、表面張力による力が重力に勝り、上部に重い液体が存在しても、下層に存在する気体が上部に移動することはない、その気液界面は平衡状態として存在できる。以上のように、気液二相流に対しては、マイクロスケールの効果は、単相流動より大きな寸法で現れ始める。Kandlikarの分類<sup>(1)</sup>によると、表2のようになる。

表2 Kandlikarによる分類

Conventional channels	$D_h > 3 \text{mm}$
Minichannels	$3 \text{mm} \geq D_h > 200 \mu\text{m}$
Microchannels	$200 \mu\text{m} \geq D_h > 10 \mu\text{m}$
Transitional Microchannels	$10 \mu\text{m} \geq D_h > 1 \mu\text{m}$
Transitional Nanochannels	$1 \mu\text{m} \geq D_h > 0.1 \mu\text{m}$
Molecular Nanochannels	$0.1 \mu\text{m} \geq D_h$

## 3. まとめと本章の構成

本章は、「マイクロスケール熱流体のサイエンス」と題し、

- ・ マイクロスケール熱流体の概要
- ・ 流体
- ・ 伝熱
- ・ 混相流
- ・ 相変化
- ・ 燃焼
- ・ 流体機械
- ・ マイクロ熱機器
- ・ 統計力学的手法
- ・ 分子動力学的手法
- ・ 量子的手法

ついて、既存の知識をまとめるとともに、SMBC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実現へ向けてのテクノロジー開発）で得られた新しい知見を加える。

なお、マイクロスケール熱流体のサイエンスに関する詳しい参考文献として、「マイクロ・ナノ熱流体ハンドブック」<sup>(2)</sup>を挙げる。

## 参考文献

- (1) Kandlikar, S. G. and Grande, W. J.; Evolution of Microchannel Flow Passages - Thermohydraulic Performance and Fabrication Technology; ASME Int. Mech. Eng. Cong. & Expo., IMECE2002-32043, (2002).
- (2) マイクロ・ナノ熱流体ハンドブック編集委員会編、マイクロ・ナノ熱流体ハンドブック、NTS、(2006).

## 4.2. マイクロスケールにおける流体力学

杉井 康彦

### 1. 結 言

通常、マイクロスケールの流れは、流れの代表長さがマイクロオーダーである流れであり、マイクロ化学分析システムやマイクロリアクタなどの化学システム、インクジェットプリンタ、超小型熱交換器、マイクロ燃料電池、脳や心臓などの微小な血管などの内部流れを指す事が多い。代表長さが小さくなるために、一般にレイノルズ数が小さくなり流れは層流となるが、解析的・数値的に求めることが難しい。なぜなら、マクロなスケールでの流れでは、慣性力や浮力などの体積力が支配的であるのに対し、マイクロな流れでは、粘性力や界面張力などの表面力の影響が増大し、静電気力や分子間力などの様々な力の影響を受けるためである<sup>(1-3)</sup>。そのため、マイクロスケールの流れの計測や、数値計算手法を用いた解析などのマイクロスケールの流体力学に関する研究が盛んに行われている<sup>(4-6)</sup>。

これまでに、マイクロチャンネルの壁面を超撥水表面にした場合に、スリップによると思われる圧力損失低下が示唆されている。また、Y字形マイクロチャンネルを用いた水とエタノールといった混合性2流体において界面張力の濃度勾配によって生じる応力が計測されている<sup>(7)</sup>。内径30 $\mu\text{m}$ 程度の微小な血管内の流れでは、赤血球の大きさが血管径に対して無視できない大きさになるためにその影響が強くなり、非ニュートン性が生じることが報告されている<sup>(8-9)</sup>。

本項では、マイクロスケールの流体の特徴を述べるとともに、マイクロスケールの流れの例として、マイクロ流体デバイス内の流れの例を示す。

### 2. マイクロ流れの分類

流れの代表長さと分子の平均自由行程距離の比はクヌッセン数と呼ばれ、流れの分類に用いられる無次元数である。クヌッセン数  $\text{Kn}$  は

$$\text{Kn} = \lambda/L \quad (1)$$

で定義され、 $\lambda$ は分子の平均自由行程距離、 $L$ は流れの代表長さである。

クヌッセン数  $\text{Kn} < 10^{-2}$  の場合は流体を連続体とみなすことができ支配方程式としてナビエ・ストークス方程式を用い、 $10^{-2} \leq \text{Kn} < 10^1$  の場合は、連続体であるが、壁面でのスリップが生じるとされており、 $10^1 \leq \text{Kn}$  の

場合は、連続体として取り扱うことができなくなり、支配方程式としてボルツマン方程式を用いる。

流体の加熱や溶質の溶解によって密度が変化し、重力による体積力が生じて自然対流が生じる。この対流の指標として、浮力と粘性力の比であるグラスホフ数が用いられる。加熱による密度変化に対するグラスホフ数は、

$$\text{Gr} = \frac{g\beta\Delta TL^3}{\nu^2} \quad (2)$$

である。

ここで、 $g$ は重力加速度、 $\beta$ は体積膨張率、 $\Delta T$ は温度差、 $\nu$ は動粘性係数である。

グラスホフ数は、代表長さの3乗に比例するため、マイクロスケールになると急激に小さくなり、浮力の影響が無視できるようになる。

粘性力と表面張力の比であるキャピラリー数は

$$\text{Ca} = \frac{\mu U}{\sigma} \quad (3)$$

であらわされる。

ここで、 $\mu$ は粘性係数、 $U$ は代表速度である。

キャピラリー数はスケールが小さくなると大きくなり、つまり表面張力の影響が大きくなる。

気泡と液体、水と油といった密度が異なる2流体では密度差によって生じる体積力と界面張力を考える必要がある。

重力と界面張力の比であるボンド数は

$$\text{Bo} = \frac{g\Delta\rho L^2}{\sigma} \quad (4)$$

であらわされる。

ここで、 $\Delta\rho$ は密度差である。

ボンド数は、代表長さの2乗に比例して小さくなり、重力に比べ界面張力の影響が大きくなる。

気泡や液滴の変形や運動を考える際に重要な慣性力と表面張力の比であるウェーバー数は

$$We = \frac{\rho U^2 L}{\sigma} \quad (5)$$

であらわされる。

ウェーバー数は、代表長さに比例し小さく、速度の2乗に比例して小さくなる。通常マイクロスケールでは速度も小さいため、館勢力に比べ界面張力の影響が大きくなる。

このように代表長さが小さくなるマイクロスケールの流れでは、慣性力や重力などの体積力が小さくなり、相対的に表面張力の影響が強くなるなどバルクスケールと異なる流動を示す。

### 3. マイクロ流れの例

水にイオンや高分子などが溶解しその溶液が混合する場合や、水-アルコールといった物性値が大きく異なるが互いに溶解する流れ場の場合には、マイクロスケールの流れ場では混合による界面張力の変化の影響が大きくなる。界面張力の流れに対する影響の例として、微小重力場における温度勾配によって生じるマランゴニカ<sup>(10)</sup>が良く知られており、マイクロスケールでも同様な現象が観察されている。水-エタノールといった混合する2流体のマイクロスケールの流れにおいて、混合による界面張力勾配によって生じた応力の計測例を示す。図1に、マイクロチップ内での水-エタノールの合流部の様子を示す。マイクロチップは2つの入口と1つの出口をもち、幅120 μm、深さ33 μmのマイクロチャンネルがY字形の合流部で結合されており、それぞれの入り口からエタノールと純水を導入している。図2に合流部における断面速度分布とせん断速度分布を示す。水-エタノールの混合では、表面張力が大きく変化するため混合領域に濃度勾配により生じた界面張力勾配に起因する力 (Kortweg Stress) が働く<sup>(11)</sup>。

Kortweg Stress を考慮した非圧縮性二次元のナビエ・ストークスの方程式は、

$$\frac{\partial \mathbf{v}}{\partial t} + (\mathbf{v} \cdot \nabla) \mathbf{v} = -\frac{1}{\rho} \nabla p + \nu \nabla^2 \mathbf{v} + \frac{1}{\rho} \nabla \cdot \mathbf{T} \quad (6)$$

となり、TはKortweg Stress テンソルであり、

$$T_{11} = k \left( \frac{\partial C}{\partial y} \right)^2, T_{12} = T_{21} = -k \frac{\partial C}{\partial x} \frac{\partial C}{\partial y}, T_{22} = k \left( \frac{\partial C}{\partial x} \right)^2 \quad (7)$$

であらわされる。

図2の界面付近y=90 μmの計測結果より、せん断速度の不釣合いを意味する速度勾配の不一致が確認でき

る。この原因として、水-エタノール界面における混合領域内に急峻なエタノールの濃度勾配が生じ、それによって急峻な界面張力勾配が生じたためと思われる。

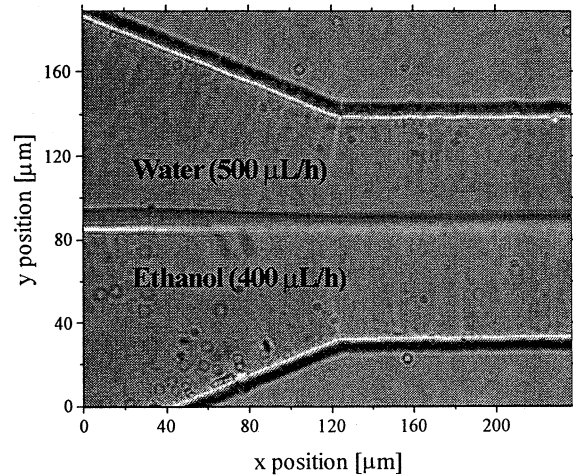


Fig. 1 Water and ethanol flow of Y-junction in micro fluidic device

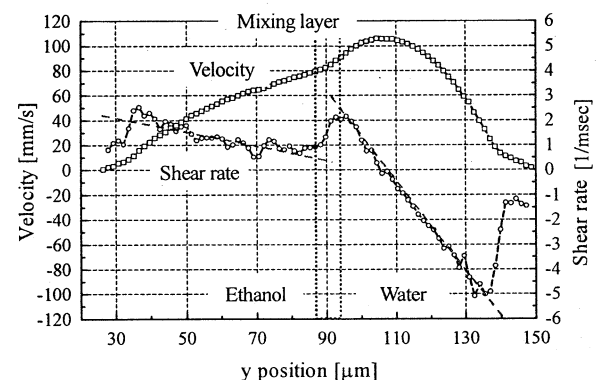


Fig. 2 Axial velocity profile and shear rate

### 4. 結 言

マイクロスケールの流れの特徴を無次元数を用いて示し、マイクロスケールの例として、水-エタノールという混合する2流体の混合層の界面にかかる張力について示した。マイクロスケールの流れでは、慣性力や重力などの体積力が小さくなり、相対的に表面張力の影響が強くなるなどバルクスケールと異なる流動をしめす。

### 文 献

- (1) Ho, C. M., Tai, Y. C., Micro-electro-mechanical systems (MEMS) and fluid flows, Annual Review of Fluid Mechanics, Vol. 30 (1998) pp 579-612.

- (2) GH Mohamed, The fluid mechanics of microdevices—the Freeman scholar lecture, Journal of Fluids Engineering, 1999
- (3) J C Harley et al., Gas flow in micro-channels, Journal of Fluid Mechanics, (1995), 284: 257-274
- (4) SM Flockhart, RS Dhariwal, Experimental and Numerical Investigation Into the Flow Characteristics of Channels Etched in 100 Silicon, Journal of Fluids Engineering, 1998, 120-2, pp. 291-295
- (5) P Wu, WA Little, Measurement of friction factors for the flow of gases in very fine channels used for microminiature Joule-Thomson refrigerators, Cryogenics, 23-5, (1983), 273-277
- (6) K. Shinohara, Y. Sugii, A. Aota, A. Hibara, M. Tokeshi, T. Kitamori, K. Okamoto: High-speed micro-PIV measurements of transient flow in microfluidic devices, Measurement Science and Technology, 15, 1965-1970 (2004).
- (7) Sugii Y, Okamoto K, Hibara A, Tokeshi M, Kitamori T, Effect of Korteweg stress in Miscible Liquid Two-Layer Flow in a Microfluidic Device, Journal of Visualization, 8(2), 117-124, 2005.
- (8) 杉井 康彦他: 高精度画像計測法を用いた微小血管内の速度分布計測, 機論(B編), 67-662 (2001) pp.2431-2436.
- (9) Sugii, Y. et al.: *In Vivo* PIV Measurement of Red Blood Cell Velocity Field in Microvessels Considering Mesentery Motion, *Physiol. Meas.* 23 (2002) pp.403-416.
- (10) L. E. Scriven, C. S. Sterling: On cellular convection driven by surface tension gradients: effects of mean surface tension and surface viscosity, *J. Fluid Mech.*, 19, 321-340 (1964).
- (11) D. J. Korteweg: Sur la forme que prennent les équations du mouvements des fluides si l'on tient compte des forces capillaires causées par des variations de densité considérables mais connues et sur la théorie de la capillarité dans l'hypothèse d'une variation continue de la densité, *Archives Néerlandaises des Sciences Exactes et Naturelles*, 6, 1-24 (1901)

### 4.3. マイクロスケールの伝熱

大竹 浩靖

#### マイクロスケールの対流熱伝達

単相熱伝達に対しては、通常寸法のチャンネル内では、流れの様式により異なり、流れ的にも熱的にも十分発達した場合には、

$$\text{層流} : \text{Nu} = 3.66 \text{ for 等温壁面内管} \quad (1)$$

$$\text{Nu} = 4.36 \text{ for 等熱流束壁面内管} \quad (2)$$

$$\text{乱流} : \text{Nu} = 0.023 \text{Re}^{0.8}\text{Pr}^{0.4} \quad (3)$$

となる。ここで、Nu はヌッセルト数で、 $\text{Nu} = hD_e/k$  で定義される。ここで、 $h$  は熱伝達率、 $k$  は熱伝導率である。また、 $D_e$  は等価直径であり、円管の場合には直径となる。円管断面以外の管では、管摩擦抵抗における水力等価直径と同様な式で定義される等価直径にて熱伝達率を推算できる。しかしながら、特に、二重円管や矩形流路等に対しては濡れ縁長さと加熱長さとが異なる場合もあり、それぞれの系に応じた代表長並びに定数の修正が必要である。なお、乱流熱伝達に対しては、熱と運動量輸送のアナロジーに基づき様々な経験式が提案されている。式(3)は、従来から広く用いられている簡便な形の整理式であり、Dittus-Boelterの式と呼ばれるものであり、その適用範囲は、 $10^4 < \text{Re} < 10^5$  の液体 ( $1 < \text{Pr} < 10$ ) である。この適用範囲以外の整理式として、式(3)中の定数並びに指数を修正した Colburn の式、Kays の式、Sieder-Tate の式 (粘性係数の補正項追加) 等が知られている。

また、助走区間を含む平均熱伝達率として、

$$\text{層流} : \text{Nu} = 3.66 + \frac{0.0668(D/L)\text{Re Pr}}{1 + 0.04[(D/L)\text{Re Pr}]^{2/3}} \quad (4)$$

for 等温面

$$\text{乱流} : \text{Nu} = 0.036\text{Re}^{0.8}\text{Pr}^{1/3}(D/L)^{0.055} \quad (5)$$

がある。前者は Hausen の式、後者は Nusselt の式として知られている。

#### マイクロ流路内の対流熱伝達

マイクロチャンネル内の単相熱伝達に関しても、単相流動同様、ここ数十年多くの実験的研究が報告されてきている。マイクロチャンネル内の流れは、一般的に Re が低く層流条件となることが多い。この事実は、マイクロ流路内の熱流動特性が、通常流路と同様に式(1),(2)で与えられるとすると、代表寸法の減少とともに、熱伝達率が逆比例して増加することを意味する。すなわち、「マイクロチャンネルでは、液体流速すなわち Re 数にかかわらず高い単相熱伝達率が期待できる」と言える。一例として、流体に水を用いた場合、通常流路と同様な熱流動特性をとるものとする、摩擦係数が増える欠点はあるが、代表寸法  $20\mu\text{m}$  で  $h=1 \times 10^5 \text{W/m}^2\text{K}$  に達し、相変化伝熱に匹敵する高い熱伝達率が得られる可能性を有する。

しかしながら、既存のマイクロチャンネル内の単相熱伝

達に関する実験結果の報告によると、マイクロ流路の単相熱伝達と通常チャンネルの単相熱伝達とは差異があるとの報告が多い。Wu-Little は、等価直径  $150\mu\text{m}$  の矩形流路内窒素ガス流れの単相熱伝達を実験的に検討して、層流域に対してマイクロチャンネルでは Nu 数が Re 数依存性を示すこと、マイクロ流路では通常流路で成立する熱と運動量のアナロジーが成立しないこと、乱流域の Nu に対しては通常流路の相関式に近いことを報告した。Choi らも、Fig.1 に示すような同様な実験結果を得た。また、Peng-Peterson は、等価直径  $133 \sim 367\mu\text{m}$  の矩形流路内水流れの単相熱伝達を実験的に検討して、

層流に対して、

$$\text{Nu} = 0.1165(D_h/W_c)^{0.81}(H/W)^{-0.79}\text{Re}^{0.62}\text{Pr}^{1/3} \quad (6)$$

乱流に対して、

$$\text{Nu} = 0.072(D_h/W_c)^{1.15}[1 - 2.421(Z - 0.5)^2]\text{Re}^{0.8}\text{Pr}^{1/3} \quad (7)$$

の実験相関式を得た。(ここで、 $W_c$ : 複数流路における流路中心間距離、 $Z = \min(H, W)/\max(H, W)$ 。) すなわち、通常スケールの相関式に補正が必要となり、特に層流条件では、Nu が寸法の関数となる。一方、Yen-Kasagi-Suzuki<sup>(13)</sup>は、等価直径  $0.3\text{mm}$  の円管内有機液体 (HCFC123 および FC72) 流れの単相層流熱伝達の実験結果が、通常チャンネルの解析結果 ( $\text{Nu} = 4.36$ ) とよく一致することを報告している。

SMB Cプロジェクトでも、水力等価直径で  $0.5\text{mm}$  程度までの矩形流路による強制対流熱伝達の実験的検討を進めた結果、Choi らの実験結果同様、「層流域に対してマイクロチャンネルでは Nu 数が Re 数依存性を示す」結果を得た。

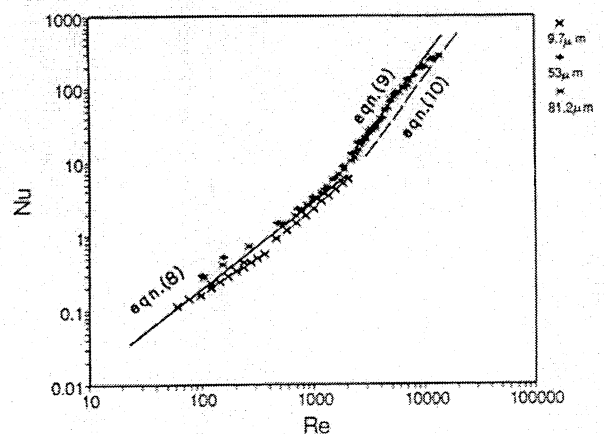


Fig. 1 Heat transfer coefficient in microchannel



## 4.4. マイクロスケールの混相流

大竹 浩靖

### 概要

気液二相流動に関する流路寸法の効果に対しても、ここ数十年に多くの実験的研究が報告されている。マイクロチャンネル（代表寸法数mm以下）内の二相流動の特徴を考えると、

異なる相が存在する場合、その界面張力が支配的になり、特に、気液界面が存在すると、その表面張力や固体壁との濡れ性の影響が重要になり、全体の流れや界面の挙動に大きな影響を及ぼす、点があげられる。すなわち、気液界面の存在により、単相流動に比べて、より大きな代表寸法から、通常スケールの相関式からの逸脱が認められるようになってい

言われている。SMB Cプロジェクトでは、マイクロスケール熱流動現象の基礎的な研究として、サブミリスケール円管および扁平流路における二相流の圧力損失について、従来の相関式との比較を通し実験的に検討した。

### 実験装置および実験方法

実験装置のフローチャートを Fig.1 に示す。

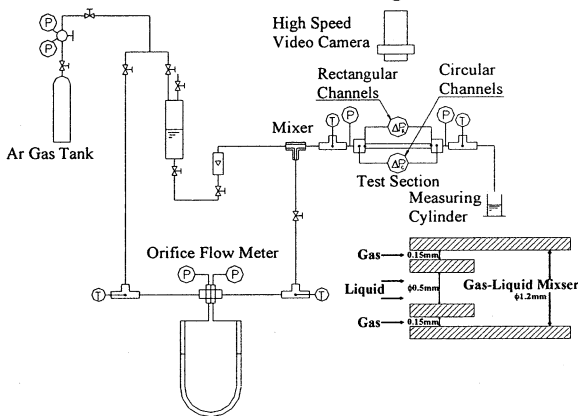


Fig. 1 Experimental apparatus

試験流体は水および Ar ガスである。水ループは、Ar ガスタンクのガス圧で水タンクを加圧もしくは水道水をポンプで加圧し、ガスループは、校正したオリフィス流量計を通りそれぞれミキサーへ流入する。その後、テスト部を通り、出口部でメスシリンダーにて水流量を測定する。試験パイプは摩擦損失測定実験では SUS ( $d=0.1\sim 0.6\text{mm}$ ) および Teflon ( $d=0.25\sim 0.4\text{mm}$ )、形状損失測定実験では真鍮 ( $0.5\sim 5\text{mm}$ )を用いており、Teflon パイプでは、上部より高速度ビデオカメラで内部流動を観察している。ミキサーについては、Kawahara ら<sup>1)</sup>のものを参考に製作した(Fig.1 中)。水単相流実験では、SUS パイプには前後にフランジを設けそこから圧力を測定しているため、形状損失を含んでいる。そのため、同径で長さ

の異なるパイプの測定結果を差し引くことで摩擦損失のみを算出している。また、Teflon パイプには直接穴を開け測定しているため、形状損失を差し引く必要はない。気液二相流実験では、今回提案した関係式から SUS の形状損失を差し引いている。

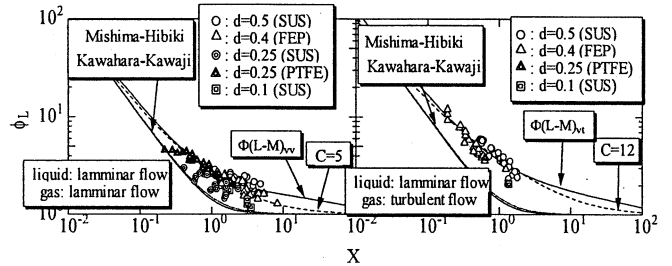


Fig.2 Frictional loss for two-phase flow

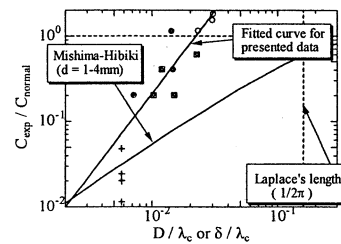


Fig.3 New Correlation

### 実験結果および考察

Fig.2 に、二相流摩擦損失測定結果を横軸 Lockhart-Martinelli パラメータ  $X$ 、縦軸二相増倍係数  $\phi_L$  の図(左図: vv 条件、右図: vt 条件)に示す。比較のため、Lockhart-Martinelli<sup>3)</sup>、Chisholm<sup>4)</sup>、Mishima-Hibiki<sup>5)</sup> ( $d=1\sim 4\text{mm}$ )、Kawahara-Kawaji<sup>1)</sup> ( $d=0.1\text{mm}$ )らの相関式も載せている。SUS 内径  $0.5\text{mm}$ 、Teflon 内径  $0.4\text{mm}$  は L-M 相関式と一致しているが、SUS 内径  $0.25, 0.12\text{mm}$ 、Teflon 内径  $0.25\text{mm}$  は逸脱している。また、過去の矩形管の結果 ( $D_h=0.32\sim 0.76\text{mm}$ )も逸脱が確認されている。

すなわち、二相流においては、直径  $0.25\text{mm}$  以下、 $D/\lambda_c < 0.02$  で、ミニチャンネル効果が認められることがわかる。

また、本実験結果より、Fig.3 に示す以下の相関式が提案される。

$$C_{\text{exp}} / C_{\text{normal}} = 2000(D/\lambda_c)^2 + (D/\lambda_c) \quad (1)$$

### 結論

二相流摩擦損失に関し、直径  $0.25\text{mm}$  以下、すなわち  $D/\lambda_c < 0.02$  から従来相関式と逸脱し、ミニ流路の効果が認められることを示唆し、本実験結果より、ミニ流路の二相流摩擦損失の相関式を提案した。

## 4.5. マイクロスケールの相変化

大竹 浩靖

### 概要

物質が固体・液体・気体の間で状態変化することを相変化といい、液体中から気泡の発生を伴う相変化を沸騰という。沸騰は高い熱伝達率を有するため、高温物体の効率良い冷却技術として広く利用されてきている。そのため沸騰現象の研究は日本を含め世界各国で60~70年の長きにわたって続けられてきている。しかしながら通常伝熱面の沸騰には、表面粗さ、キャビティ（伝熱面の表面に存在する微細なキズやくぼみ）の形やサイズなどの表面状態、表面の濡れ性、対流、熱伝導、相変化、気泡挙動などの物理的特性や熱特性などが大きな影響を持ち、互いにかみ合っている。また、その中には強い非線形性を持つ難解な現象も含まれている。それゆえ、沸騰現象は非常に複雑であり、多くの未解明な部分を残している。

SMBCプロジェクトでは、鏡面仕上げされたシリコンウェハにMEMS (Micro Electro Mechanical Systems) 技術を用いて、形状やサイズ、また間隔を統一した人工マイクロキャビティを作製し、沸騰へ影響を及ぼす影響因子に差異が出ない状況を作り出し、境界条件を明確にする。この伝熱面に対し、人工マイクロキャビティ間隔をパラメータにした沸騰実験を行い、沸騰現象へのキャビティ間隔の影響を実験的に解明することを目的としている。

### 実験装置及び実験方法

Fig. 1に実験装置概要を示す。20 mm × 20 mmに裁断された伝熱面は、ポリイミド樹脂プレートに接着し、その樹脂板は真鍮製アダプタに固定され、密閉沸騰テスト容器底部に取り付けられる。沸騰テスト容器は高さ230 mm、断面200 mm × 200 mmの真鍮製密閉容器である。側面には観察用窓があり、容器には水加熱用ヒーター、容器内圧力調整用の水冷却凝縮器が取り付けられている。伝熱面加熱は伝熱面裏面に半導体レーザーを照射することにより行った。この裏面はつや消し黒色スプレーで吹き付け着色され、放射率を0.98とした。精製水を沸騰容器内へ注ぎ込み、ヒーターにより加熱する。水温はK型熱電対により測定され、沸騰容器内圧力は圧力計により測定される。伝熱面裏面温度は、温度分解能0.08 K、時間分解能3 ms/lineの赤外線放射温度計によって測定される。水温加熱ヒーターと凝縮器により容器内を0.1 MPaの飽和状態に保ちつつ伝熱面裏側を半導体レーザーにより加熱する。高速度ビデオカメラを赤外線放射温度計と同期させ、伝熱面裏面温度測定と人工キャビティより発生する気泡挙動の撮影を行う。

### 気泡合体

Fig. 2に3キャビティの場合の気泡挙動画像例を示す。

これらの画像から、気泡合体には、Shojiら<sup>14</sup>が述べているように、以下の4つの様式があることがわかった。

- Normal Lift : 同一キャビティ上で先行気泡と後続気泡が合体せず離脱する。
- Vertical coalescence : 同一キャビティ上で先行気泡と後続気泡が合体する。
- Declining coalescence : あるキャビティより離脱した気泡と、隣接するキャビティ上で成長する気泡が、斜めに合体する。
- Horizontal coalescence : 隣接するキャビティより生成中の気泡同士が合体する。

単一キャビティと3キャビティの場合においてほぼ同一の熱流束（約  $3.0 \times 10^4 \text{ W/m}^2$ ）条件で、気泡の合体様式別にその発生頻度を比較、整理した結果をFig. 3に示す。ここで、キャビティ間隔  $S$  をラプラス長さ  $L_c$  で除した無次元間隔を横軸にとった。

$S/L_c \geq 1.6$  より Horizontal coalescence と Declining coalescence の気泡合体が無くなることがわかった。

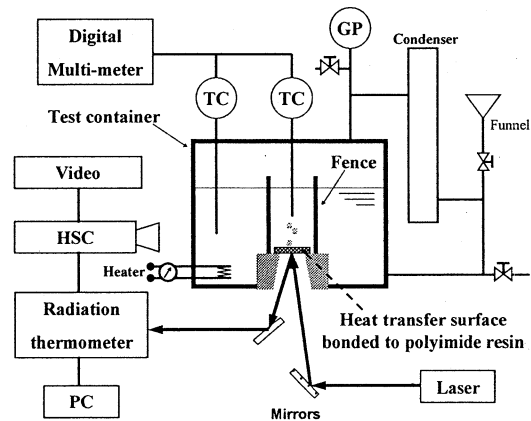


Fig. 1 Experimental apparatus

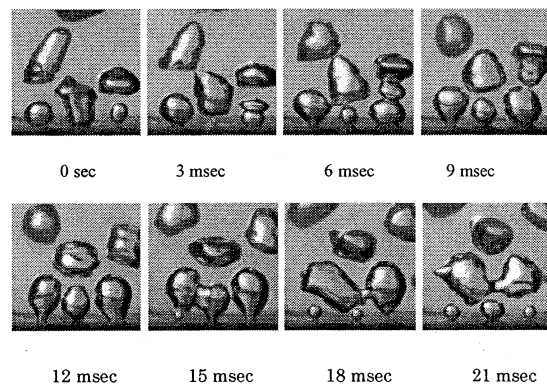


Fig. 2 Bubble behavior from three cavities

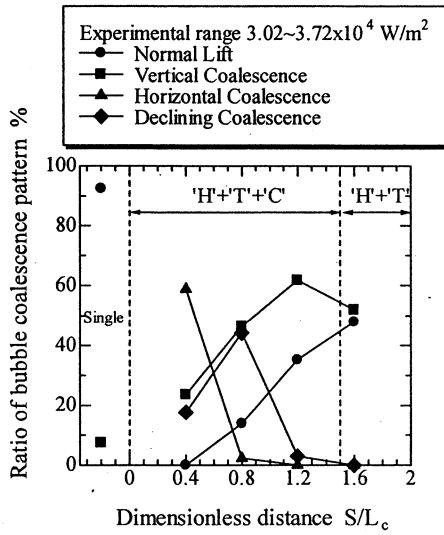


Fig. 3 Bubble coalescence

参考文献

[1] Chatpum, S., Watanabe, M. and Shoji, M, Experimental Thermal and Fluid Science, Vol.29 (2004), 33-40.

## 4.6. マイクロスケールの燃焼

雑賀 高 (編集 大竹)

### 概要

燃焼とは、水素等の燃料と酸素との混合ガスが、点火により急激な化学反応を起こし、その結果多量の反応熱を発生させ、生成物の温度を上昇させる過程である。そのため、適切な空気量と燃焼ガスの組成、所定の温度と圧力および燃焼空間が必要とされる。

S M B Cプロジェクトでは、Ultra Micro Jet Engine (UMJE)を開発することを目的とし、UMJE 燃焼室の設計指針を与えるための実験および数値計算を行った。

### UMJE の利用目的

UMJE の利用目的としては、搭載するボディーをロケットの形状にすることにより、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。

### UMJE のモデリングと実験装置と実験結果および考察

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。図1にそのモデルを示す。

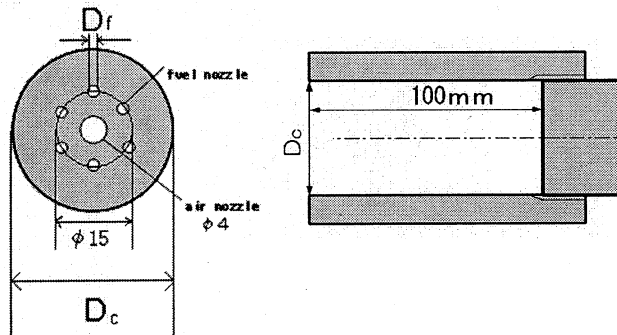


図1 ノズル配置と燃焼室

表1に主要な実験結果である燃焼室寸法に及ぼす燃焼の様子をまとめる。

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 <sub>4</sub> over 2L/min	Difficult ignition A single flame	Stable flames at stoichiometric Plural flame

表1より、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 $\phi 0.5$ ）を把握できた。

また、CFDを用いたシミュレーションで定常状態の速度分布を観察したところ、 $\phi 25$ 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 $\phi 40$ 、燃料供給ノズル $\phi 0.5$ の時、供給流量が燃料過剰の状態安定燃焼であったのは燃料の流速が大きく、かつ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。

### 結論

以上、実用に向けた燃焼室の燃焼範囲とそれぞれのノズルと燃焼室径の寸法が把握できた。今後は燃焼室径 $\phi 30$ 、燃料ノズル径 $\phi 0.5$ を用いた場合の、高い推力を得るためのノズルの設計を行う。それを伴った燃焼室内のさらなる安定燃焼を目指す。最終的にはラムジェット型エンジンとして使用するためエンジン内での損失や不適切な燃焼は性能に大きく影響を及ぼすので排気ガス中の成分を計測する等して効率を最大限まで引き出すための設計をする。また、小型化に伴い必要となるダイヤフラム式マイクロポンプやマイクロコントロールバルブ等の制御装置に関しても、検討を行う。

## 4.8. マイクロスケールの流体機械

大竹 浩靖、佐藤 光太郎

### 概要

流体機械の代表であるポンプは、一般的に、ターボ型と容積型に分類される。しかしながら、いずれも可動部分があり、その微細化にともない、粘性力 ( $\propto L^2$ ) および表面張力 ( $\propto L$ ) が支配的になるため、①構造が簡単、②可動部がない、③寸法精度が十分でなく作動する、であるマイクロポンプの開発が必要となった。

これまでに、

- ・ バルブレスポンプ (デフューザー・ノズル型)
- ・ 気泡駆動ポンプ
- ・ 液体粘性の温度特性利用ポンプ
- ・ 電磁気力利用ポンプ

等が提案、開発されてきた。

SMBCプロジェクトでは、主に、

- ・ 沸騰気泡駆動型マイクロポンプ
- ・ 粘性マイクロポンプ

が開発されたので、それについて、以下に記す。

### 沸騰気泡駆動型マイクロポンプ

Fig.1 に実験装置概略図を示す。Fig.2 が、本実験装置による計測結果である。Fig.2 より、最大吐出流量が  $2 \text{ mm}^3/\text{s}$  であることがわかる。

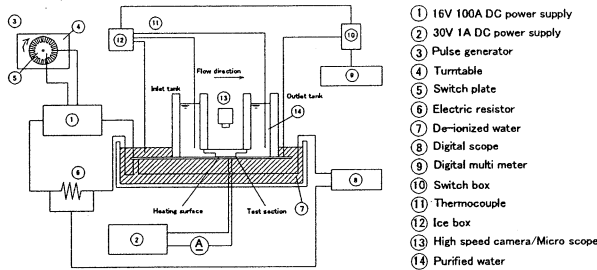


Fig. 1 Experimental Apparatus

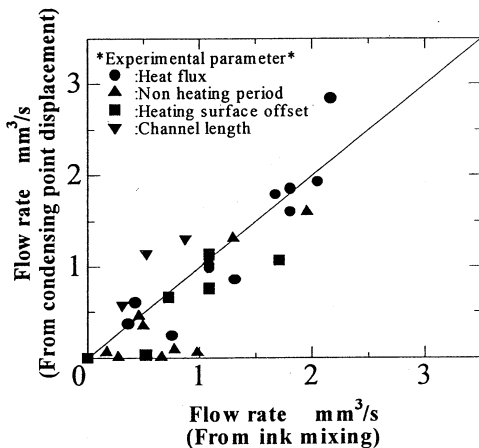


Fig. 2 Flow Rate

本研究より、結論として、(1) 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。

(2) 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。(3) 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。(4) 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。

### 粘性マイクロポンプ

Fig.3 に、開発した粘性マイクロポンプを示す。Fig.4 に、数値計算を利用して求めた、本ポンプの特性曲線を示す。

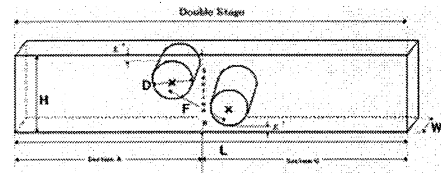


Fig. 3 Schematic of micropump test section

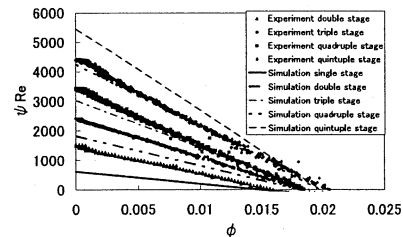


Fig. 4 Pressure characteristics for multiple rotors.

以上、本研究では粘性マイクロポンプの吐出圧力を高めるためローターを多段化し、ポンプ性能特性を調べた。主な結論を以下に示す。

- (1) 横軸に  $\phi$ 、縦軸に  $\phi \text{ Re}$  をとった多段式ポンプの性能曲線は右下がりの直線になる
- (2) ポンプ性能は  $C$  の値に大きく依存し、ローター間での圧力特性以外は単独ローターの圧力特性と概ね一致する。
- (3) スタガード配置では  $C$  を調整することにより、多段の  $\phi \text{ Re}$  を単独の  $\phi \text{ Re} \times$  ローター数の値以上にすることができる。
- (4)  $C > 0.3$  では、単独ローターの約 2 倍の吐出圧となるが、 $C < 0.025$  では  $C$  の減少とともにポンプ性能が著しく低下する。
- (5)  $C = 0.5$  では、単独ローターの約 2 倍の性能で単円柱とほぼ同様の効率を示す。

## 4.9. マイクロ熱機器

大竹 浩靖

### 概要

近年、電子デバイスの発展は目覚しく、その中で重要な役割を果たしている半導体チップは高密度に実装、集積されている。それに伴う電子デバイスの発熱量は増大しており、近い将来、 $100\text{W}/\text{cm}^2$  に達すると予測されている<sup>(1)</sup>。また、MPU (Micro Processing Unit) には集中発熱部が存在し、これを効率的に冷却することが必要とされている<sup>(2)</sup>。このような背景のもと、SMBC プロジェクトでは、マイクロ熱交換器のひとつであるマイクロヒートパイプの開発を目指し、その流動特性および熱輸送特性を実験的、解析的に検討した。

### 結果および考察

Fig. 1, 2 に示すように、流路内に非対称性を持たせることにより、循環流が形成された。また、PTV 解析により、流路内の液流動状態が振動流であること、その速度変位は加熱部上蒸気泡の挙動と一致していることを確認した。

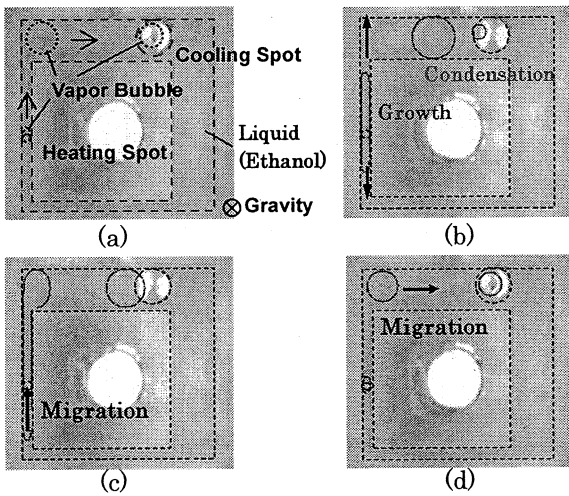


Fig. 1 Vapor Bubbles Behavior

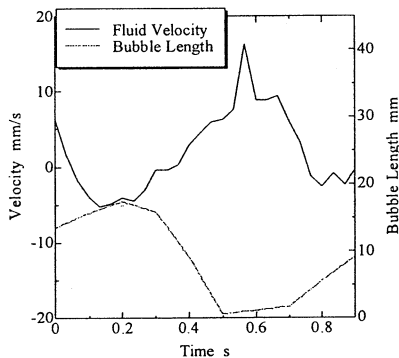


Fig. 2 Fluid Velocity and Bubble Length

MEMS 機器を用いて作成した薄膜熱電対を流路内に設置し、流路内の温度変動を測定した。Fig. 3 に示すように、流路内の時間平均温度は加熱部から冷却部までの低下が著しく、蒸気泡がサブクール液により冷却され、冷却面で凝縮されていることがわかった。また、流路に非対称性を持たせたことによる流動抵抗の差に着目した物理モデルから、加熱部と冷却部間に圧力差が生じ、定常的な一方向の流れが発生することを確認した。

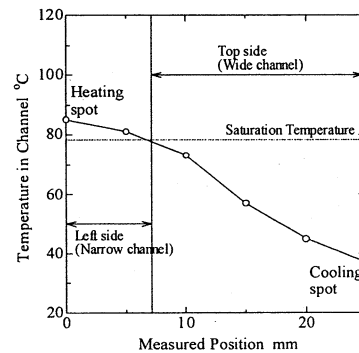


Fig. 3 Liquid Temperature Distribution

Fig. 4 より、本ヒートパイプは単位質量当たりの熱輸送量では同じサイズの銅やアルミなどの金属ロッドより高い熱輸送能力を有することを確認した。また、高温度差では、流路形状、サイズの影響が大きいことが確認された。

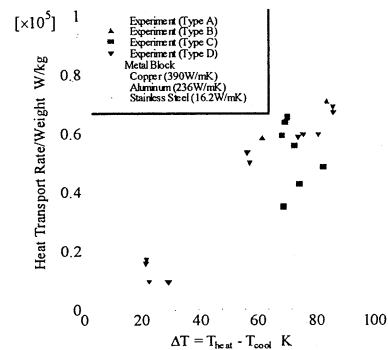


Fig. 4 Heat Transport Efficiency

### 結論

以上、高性能マイクロヒートパイプの開発を目指し、単純形状のループ型マイクロヒートパイプの流動特性および熱輸送特性を調べた。主な結論を以下に示す。

- (1) 流路に非対称性を持たせることにより、外部動力を利用しない循環流の形成を可能とした。また、流路内の液流動状態と加熱部上蒸気泡の挙動の関係性を示した。

- (2) 流路内の加熱部から冷却部までの温度差が著しく、それによって生じる圧力差によって、定常的な一方向の流れが発生することを示した。
- (3) 単位質量当たりの熱輸送量は銅やアルミなどの金属ロッドより高い熱輸送能力を有しており、比較的小さな発熱部を持つ機器の冷却素子として有効であることを示した。

#### 参考文献

- (1) 望月 正孝、混相流学会第8回オーガナイズドフォーラム'04、2004、p.39
- (2) 日本伝熱学会関東支部・日本ヒートパイプ協会共催、「電子機器の冷却はどこまで可能か」シンポジウム資料集、2004

## 4.10. マイクロスケールの統計力学的手法、分子動力学的手法および量子的手法

大竹 浩靖

### 概要

ミリメートルサイズ以下の微細サイズ、すなわち、マイクロスケール以下になると、連続体、すなわち分子集団の運動とはみなせず、そのサイズの減少とともに、(1) 分子群の運動、(2) 分子や原子の運動、(3) 電子や原子の運動、を扱う必要がある。これらが、(1) 統計力学的手法、(2) 分子どう力学的手法、(3) 量子的手法である。

SMB Cプロジェクトでは、このスケールの現象を扱うまでには至らなかったため、以下に、一般的な概説<sup>(1), (2)</sup>を記す。

これらのさらなる微細スケールの現象の詳細な理解は、今後の Post SMB C での進展を期待する。

### 統計力学的手法

分子の数が多くなり、分子間の相互干渉が十分に行き渡っている領域、すなわち、分子群の運動を統計的な確率過程として扱うことができる領域の手法であり、確率統計的運動支配の手法である。その支配方程式が、Boltzmann の式である。

$$\frac{\partial f}{\partial t} + \vec{v}^m \frac{\partial f}{\partial \vec{x}^m} = \hat{F} \left( f, \vec{v}^m, \vec{x}^m, t \right) \quad (1)$$

ここで、

$$f \left( \vec{v}^m, \vec{x}^m, t \right) : \text{分子群の速度分布}$$

$$\hat{F} \left( f, \vec{v}^m, \vec{x}^m, t \right) : \text{分布関数 } f \text{ の生成、消滅の発生}$$

項

である。式(1)は、速度の確率密度分布を与えることになるので、 $f$  を速度の確率密度分布関数という。

### 分子動力学的手法

分子や原子の運動を直接的に扱う手法であり、質点力学的運動支配の手法である。その支配方程式として、Newton の式が適用できる。

$$m_i \frac{d^2 \vec{r}_i}{dt^2} = \vec{F}_i \quad (2)$$

ここで、 $m_i$ 、 $r_i$  は分子  $i$  の質量、座標である。 $\vec{F}_i$  は、分子  $i$  に働く力であり、系のポテンシャル  $\Phi$  が与えられていると下式

$$\vec{F}_i = -\nabla_i \Phi$$

で求めることができる。多くの場合、以下の Lennard-Jones (12, 6) ポテンシャル

$$\phi(r) = 4\epsilon \left[ \left( \frac{\sigma}{r} \right)^{12} - \left( \frac{\sigma}{r} \right)^6 \right]$$

が用いられるが、この手法では、適切な分子間ポテンシャルを与えることが重要となることは言うまでもない。

### 量子的手法

電子や原子の運動を扱う手法、すなわち、量子力学をも考慮する、量子力学的運動支配の手法である。その支配方程式が、有名な Schrödinger の式である。

$$\begin{aligned} & -\sum_k \frac{\hbar^2}{2M_k} \nabla_k^2 \Psi - \sum_i \frac{\hbar^2}{2m} \nabla_i^2 \Psi \\ & + \left\{ \sum_k \sum_l \frac{Z_k Z_l e^2}{|\vec{R}_k - \vec{R}_l|} - \sum_k \sum_i \frac{Z_k e^2}{|\vec{R}_k - \vec{r}_i|} + \sum_i \sum_j \frac{e^2}{|\vec{r}_i - \vec{r}_j|} \right\} \Psi \\ & = E \Psi \end{aligned}$$

### 参考文献

- (1) 小竹進、分子動力学、丸善、(1990).
- (2) マイクロ・ナノ熱流体ハンドブック編集委員会編、マイクロ・ナノ熱流体ハンドブック、NTS、(2006).





## 第5章 マイクロ機械システム



## 5.1. マイクロ機械システムの概要

鈴木健司

### 1. 緒言

マイクロマシン, MEMS (Micro Electro Mechanical Systems) などの言葉が使われ始めたのは, 今から約 20 年前のことである. 1987 年に東京で行われた国際会議 (Transducers '87) において, 米国カルフォルニア大学バークレー校<sup>(1)</sup>と AT&T・ベル研<sup>(2)</sup>から, それぞれ独立に, 半導体加工技術を応用してシリコンチップ上に百マイクロ程度の歯車やリンク機構を製作したという発表があり, 注目を集めた. これは, LSI と同じ製法で機械システムが製造できるという新しいコンセプトの出現であった. それ以降, MEMS やマイクロマシンの分野の研究は急速に発展した. 機械工学においても流体, 熱, 材料, ロボットなどの幅広い分野の研究者がマイクロ領域に進出し, 様々な知識の蓄積がなされ, 機械的に動くマイクロシステムが作られるようになった.

しかし, マイクロマシンの概念が登場して 20 年以上経過した今日でも, 実用的なマイクロ機械要素は, 自動車や携帯機器などに搭載されるマイクロセンサ, プロジェクタに使用されるデジタルミラーデバイス, インクジェットプリンタのヘッドなど, 特定分野に限られ, 自立的なマイクロ機械システムの多くは, センチ, インチサイズにとどまっている. その理由の一つとして, マイクロ領域における材料, 伝熱, 流体, 計測などの要素技術の開発は比較的進んできているのに対し, これらを統合化する技術が不十分であることがあげられる. マイクロ機械システムを作りあげるためには, 動力を確保するための小型のエネルギー源とアクチュエータ, 外界との物質, 情報のやりとりを行うためのインタフェース技術, 各要素を集積化するための 3 次元のマイクロ加工, 組み立て, 実装技術の確立が不可欠である. また機械システムの構造や動作原理を設計する際には, 従来機械の常識は通用せず, マイクロスケールに適した新しい設計指針が必要となる. 個々の要素技術を統合し, マイクロ機械システムを設計, 製作するためのヒントとして, 本稿ではスケール効果の考え方と, 自然界のマイクロシステムである昆虫を規範としたマイクロ機械の設計・開発について述べる. さらに, 昆虫を規範とした具体的な機械システムの

設計を通して, マイクロ機械技術体系を構築していくプロセスについて述べる.

### 2. スケール効果<sup>(3)</sup>

マイクロ機械システムを効率的に動作させるためには, 従来の機械をそのまま縮小するのではなく, 小さいサイズに適した機構, 動力などを利用する必要がある. サイズに応じた設計原理を考える上で重要な概念が, 「スケール効果」である. 力などの物理量が物体の挙動に及ぼす影響の度合いは, 物体の寸法により変化する. これをスケール効果といい, 各物理量が代表寸法  $L$  の何乗に比例するかが, スケール効果の指標となる. 相似形状を保ちながら物体の寸法を変化させるとき, 寸法  $L$  が  $1/10$  になると  $L^2$  に比例する表面積, 断面積等は  $1/100$  になり,  $L^3$  に比例する体積, 質量, 重力等は  $1/1000$  となる. すなわち  $L$  の指数が大きいものほど小さくなり方が速く, 物体の挙動に及ぼす影響は相対的に減少する. たとえば, 寸法が小さくなれば体積に対する表面積の割合は増加し, 放熱, 吸着など物体の表面で起こる現象の影響は大きくなる. 以下, 物体は相似形状を保ってスケールが変化するものと仮定して, スケール効果の議論を進める.

#### 2.1 弾性力

物体に一定の弾性ひずみを与えるのに必要な力は, 物体の断面積を  $S$ , ヤング率を  $E$  とすれば,

$$F = E \varepsilon S \quad (1)$$

で与えられる. ヤング率はサイズに依存しない材料定数であるから, 弾性力  $F$  は断面積, すなわち  $L^2$  に比例する. 材料の降伏や破壊に至る力も, 同様に  $L^2$  に比例すると考えられる. マイクロ機械要素としてよく用いられるカンチレバーやトーションバーも, 同一のひずみを与えるための力は  $L^2$  に比例する. これらの要素をばねと考えれば, 弾性力 ( $\propto L^2$ ) を変位 ( $\propto L$ ) で割ったばね定数  $k$  は  $L^1$  に比例する. トルクを回転角で割った回転ばね定数は  $L^3$  となる. ばね-マス系の角固有振動数は  $\omega = \sqrt{k/m}$  であらわされ, 質量  $m$  は  $L^3$  に比例するから,  $\omega$  は  $L^1$  に比

例し、サイズが小さくなるほど固有振動数は増加する。振動の振幅を  $A$  とするとき、振動の速度 ( $A\omega$ ) は寸法によらず一定 ( $L^0$ ) であるが、振動の加速度 ( $A\omega^2$ ) は  $L^{-1}$  で増加し、物体は急激な加減速が起こるようになる。また、構造体の寿命が振動の回数によって決まると仮定すれば、寿命は寸法  $L$  に比例し、寸法が小さくなるほど減少する。これは、動物の世界において、大きい動物は動きが遅く寿命が長いのに対し、小さい動物は機敏で短命の傾向があることと対応している。

ただし、スケール効果の議論は、前提となる物理法則 (ニュートンの力学法則など) が成立し、材料が連続体として扱え、材料定数などがサイズにより変化しないとみなせる範囲において成立する。物体のサイズが材料の結晶粒と同程度になると、材料定数の値が変化するようになり、バルク材料の性質を示さなくなるので、注意が必要である。

## 2.2 静電力

静電力は、マイクロアクチュエータの駆動力としてよく利用される。Fig.1 のような平行平板間に電圧  $V$  を印加したとき、電極に垂直に働く力は式 (2)、電極に水平に働く力は式 (3) で表わされる。

$$F_n = \frac{\epsilon l b V^2}{2d^2} \quad (2)$$

$$F_t = \frac{\epsilon b V^2}{2d} \quad (3)$$

電圧  $V$  を一定として、電極の長さ  $l$ 、幅  $b$ 、ギャップ  $d$  を同じ割合で小さくするとき、静電力は寸法によらず一定となる ( $\propto L^0$ )。通常のサイズでは、静電力を利用したアクチュエータはあまり見られないが、構造が小さくなると寸法に依存しない静電力は有利に働く。プリンターのトナーや集塵装置など微小物体の吸着に静電力が利用されるのもこのためである。また、静電アクチュエータは構造が簡単であるという点でも、微小構造に適している。

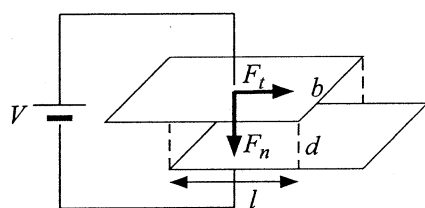


Fig. 1 Electrostatic forces

## 2.3 電磁力

通常サイズのモータは電磁力を利用して動くものが多い。直流モータでは、磁束密度  $B$  の中で長さ  $l$  の電線に電流  $I$  を流したときに働く力

$$F = BIl \quad (4)$$

を利用している。永久磁石が発生する磁束密度  $B$  の限界は、物質の磁気飽和によって決まり、1 T (テスラ) 程度の値となる。磁気飽和が寸法によらないと仮定すれば、 $B \propto L^0$  と考えられる。一方、寸法とともに電線の直径が小さくなれば流せる電流  $I$  は発熱量や熱損失の増加により制限を受ける。ここで電流密度一定の仮定をおけば、電流  $I$  は  $L^2$  に比例し、式 (4) の電磁力は  $L^3$  に比例する。

式 (4) とは異なるの原理で発生する電磁力も、仮定の置き方にもよって異なるが、おおよそ  $L^2$  から  $L^4$  に比例する。したがったマイクロスケールでは、電磁力は静電力比べて不利になる。また、寸法が小さくなると、立体的なコイルの製作が困難になり、加工上の観点からも電磁力が利用しにくくなる。

## 2.4 表面張力

表面張力は、液体の表面積を減少させようとする力であり、分子の凝集力に起因している。表面張力は、液体表面に沿って働く単位長さ当たりの力 [N/m] として定義され、 $L^1$  に比例する。また単位面積の表面を増加させるのに必要なエネルギー [J/m<sup>2</sup>] と等しくなるため、表面自由エネルギーとも呼ばれる。

液体の表面が曲面になっているとき、表面張力の作用で液体表面の内外に圧力差が生じる。これをラプラス圧力という。ラプラス圧力は、液体表面の2つの方向の主曲率の和に比例する。

$$\Delta P = \gamma_L \left( \frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) \quad (5)$$

$r_1, r_2$  は液体表面の主曲率半径であり、その逆数が曲率となる。 $\gamma_L$  は液体の表面張力である。水面が凸面の場合は曲率半径を正の値とし、凹面の場合には曲率半径を負の値とする。

2つの個体表面間に液体が介在するとき、液体、固体の表面自由エネルギー  $\gamma_L, \gamma_S$  と、固液の界面エネルギー  $\gamma_{SL}$  の大小関係により、Fig.2 のように凹面または凸面形状の液体架橋が形成される。このように固体表面に接した液体の湾曲した表面をメニスカスという。液体の接触角  $\theta$  は、液体・気体・固

体の境界線での水平方向の力のつり合いを表すヤングの式により定まる。

$$\gamma_S = \gamma_L \cos \theta + \gamma_{SL} \quad (6)$$

固体面の接触角が  $\theta < 90^\circ$  の親水面の場合には、液体が凹面となり負のラプラス圧力が発生するため、固体間には引力が働く。一方、PTFE などの撥水性（疎水性）表面の場合（ $\theta > 90^\circ$ ）液体は凸面になり、液体内部は正圧となり固体間に斥力が働く。これらの力をメニスカス力という。

メニスカス力は、厳密にはラプラス圧力により生じる力と、液膜の周囲に働く表面張力の和となる(4),(5)。

$$F = \pi r_2^2 \Delta p + 2\pi r_2 \gamma_L = \pi r_2 \gamma_L \left( \frac{r_2}{r_1} + 3 \right) \quad (7)$$

$r_1 \ll r_2$  とみなせる場合、ラプラス圧力に起因する力が支配的となる

$$F \approx \pi \gamma_L \frac{r_2^2}{r_1} \quad (8)$$

$r_1, r_2$  がともに寸法に比例するとき、メニスカス力は式(7)、(8)より  $L^1$  に比例する。物体の寸法が小さくなると、空気中の水蒸気などが表面に凝縮しやすくなり、メニスカス力による吸着や摩擦が生じやすくなる。指先を湿らせると小さい物体が貼りついたり摩擦が大きくなったりするのも、メニスカス力によるものである。また、大きな物体でも、表面がなめらかで2平面間の隙間が小さい場合には、式(7)の  $r_1$  が小さくなり大きな吸着力が発生する。

Fig.3 のように球面と平面の間に形成されたメニスカスにおいても式(6)が成立する。ここで、球面の半径を  $R$ 、球面、平面の水の接触角をそれぞれ  $\theta_1, \theta_2$  とし、 $R \ll r_2 \ll r_1$  を仮定すると、幾何学的な考察から次の関係が成り立つ。

$$F \approx \pi \gamma_L \frac{r_2^2}{r_1} \approx 2\pi R \gamma_L (\cos \theta_1 + \cos \theta_2) \quad (9)$$

すなわちメニスカス力は球の半径  $R$  に比例し、水の量には依存しないことが導かれる。この場合もメニスカス力は  $L^1$  となる。

マイクロ機械システムでは、表面張力、メニスカス力を支持力や駆動力として用いることで、サイズの小ささを生かした効率的な動作を実現することができる。これらを応用したシステムについては、マイクロロボット、マイクロアクチュエータの項目で詳述する。

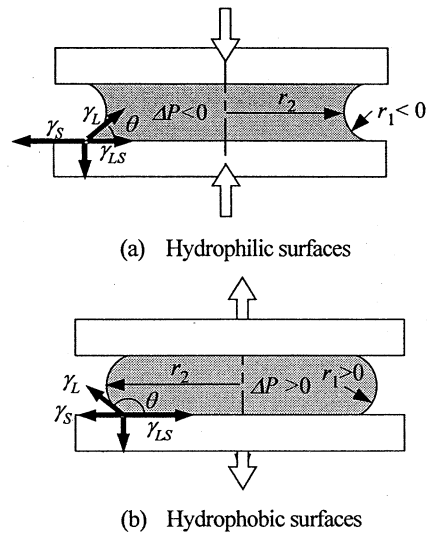


Fig. 2 Meniscus force between two planar surfaces

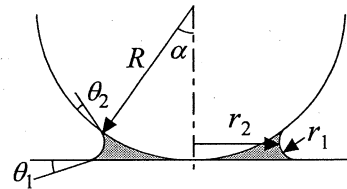


Fig.3 Meniscus force between sphere and plane surfaces

## 2.4 流体力

物体が周囲の流体に対して相対速度  $U$  で運動しているとき、物体は速度  $U$  に平行に抗力  $F_D$ 、 $U$  と垂直に揚力  $F_L$  を受ける。 $F_D$ 、 $F_L$  は、流体の密度  $\rho$ 、断面積  $S$ 、抗力係数  $C_D$ 、揚力係数  $C_F$  を用いて次のように表される。

$$F_D = \frac{1}{2} C_D \rho U^2 S \quad (10)$$

$$F_L = \frac{1}{2} C_L \rho U^2 S \quad (11)$$

抗力  $F_D$  は、壁面に加わる圧力を積分した圧力抵抗成分と、壁面に接する流体のせん断応力を積分した摩擦抵抗成分から成る。これに対して、揚力  $F_L$  は圧力抵抗成分のみを持つ。

揚力係数は寸法によらずほぼ一定値をとる。したがって式(11)より揚力  $F_L$  は  $(UL)^2$  に比例する。

一方、抗力係数はレイノルズ数  $Re$  によって変化する。レイノルズ数は流体の慣性力と粘性力の比を表しており、流体の動粘度を  $\nu$  を用いて式(12)で定義される。

$$Re = \frac{UL}{\nu} \propto UL \quad (12)$$

寸法が小さくなると  $Re$  が減少し、流体力は、慣性力よりも粘性力の方が卓越するようになる。抗力の圧力抵抗成分は慣性力に起因し、摩擦抵抗成分は粘性力に起因しているため、 $Re$  が減少すれば摩擦抵抗成分の割合が増加する。このため

$$10^3 < Re < 10^5 : C_D = \text{const.} \quad F_D \propto (UL)^2$$

$$Re < 10 : C_D \propto (UL)^{-1} \quad F_D \propto (UL)$$

という関係がある。

翼などに働く揚力と抗力の比(揚抗比  $F_L/F_D$ )は、レイノルズ数が小さくなるほど減少し、サイズが小さくなると揚力のみを利用した翼は不利になる。多くの魚や大型の鳥は、レイノルズ数は  $10^4$  以上の領域であり、運動器官の断面は流線形をしており、揚力を利用して飛翔や遊泳を行っている。これに対して、昆虫のレイノルズ数は  $10^2 \sim 10^4$  程度の領域にある。この領域では揚力と抗力の両方を使い分け、ホバリングから高速飛行まで、幅広い飛行形態をとることができる<sup>(6),(7)</sup>。昆虫の翼の断面は極めて薄く、流線形にはなっていない。昆虫のサイズになると、流線形の優位性は失われ、羽が薄い方が効率が良くなるためである。さらにサイズが小さくなって、レイノルズ数が100以下になると抗力の摩擦抵抗成分が支配的となり、翼を使う意味がなくなってくる。抗力を利用するためには、タンポポの綿毛や、バクテリアのべん毛などのように、細長い形状が有利になると考えられる。

### 3. 昆虫規範型マイクロシステム

マイクロ機械システムには、小さいサイズに適した構造や動作原理を用いる必要があるが、その設計の際に参考となるのが、生物界のマイクロシステムである昆虫である。生物は進化の過程でさまざまな種類に分化し、多様性が生じてきた。動物の進化の系統は、Fig.4 に示すように大きく「新口動物」と「旧口動物」の2つのグループに分けられる<sup>(8)</sup>。新口動物とは胚発生のときにできる原腸の入り口(原口)が成体の肛門になり、あとから口ができるグループで、脊椎動物、棘皮動物などが含まれる。その先端にいるのが人間である。一方、旧口動物は原口が成体の口になるグループで節足動物、軟体動物、環形動物などが含まれる。その先端にいるのが昆虫である。旧口動物への流れと新口動物への流れは進化の早い時期(5億年から6億年前)に分かれ、それぞれ独自の進化をとげてできあがったものであり、デザインのコンセプトが異なっている。脊椎動物へ

の進化の流れは大型で長命な動物を目指す流れであるのに対して、節足動物への進化は小型で短命な動物を目指すながれである。脊椎動物の種の数は4万5千種であるのに対し、昆虫の種類は約百万種で全動物の種の数の約3分の2を占める。これは昆虫が地球上のさまざまな環境に適応する際に、体の構造を少しずつ変え、種の数を増やしてきたと考えることができる。人間の脳のニューロンの数は  $10^{11}$  個であるのに対し、昆虫の脳は  $10^5$  から  $10^6$  程度である。最近では、哺乳類の脳を「巨大脳」、昆虫の脳を「微小脳」と呼び、対比して捉えられるようになってきた。巨大脳では、情報処理能力が大きいため感覚情報をできるだけ脳に集め、脳で集中して処理しているのに対し、微小脳では脳以外の神経節で分散的に情報を処理し、選ばれた情報のみを脳に伝える仕組みになっている。昆虫の行動は定型行動や反射(reflex)の組み合わせが多いと言われている。このような昆虫の脳や神経系は、構造が単純でありながら環境に柔軟に適応する能力を持つため、マイクロロボットなどの制御系の設計に応用できると考えられる。

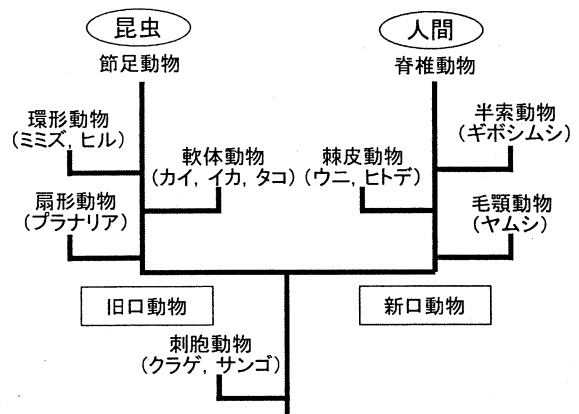


Fig. 4 Genealogical tree

昆虫の体の構造の特徴は、内部の柔らかい組織や筋肉の外側を硬い皮膚(クチクラ)が包み込む「外骨格」構造になっていることである。外骨格により水分の蒸散を防ぎ、外敵や衝撃から身を守って繁栄してきた。Fig.5 は、ハエや蚊などの間接飛翔筋型昆虫の胸部断面を模式的に示したものであり、羽ばたき運動のメカニズムを示している<sup>(9)</sup>。昆虫の胸部は外骨格の箱で覆われており、筋肉は翅に直接ついているのではなく外骨格の内側に付いており、様々な方向に変形させるようになっている。体軸方向に走る「縦走筋」により外骨格を前後に収縮させると

羽は下がり、背側と腹側を結ぶ「背腹筋」により外骨格を上下に収縮させると羽が上がる。機構学的には、外骨格の閉ループ構造により、筋肉で機構の一箇所を変形させることにより動力を機構全体に伝達し、この原理により筋肉の変位を拡大して翅を羽ばたかせていることになる。

また、外骨格の可動部は人間の関節のような回転ジョイントではなく、クチクラのやわらかい部分に変形するようになっている。したがってすべりによる摩擦が生じない。摩擦の影響を受けやすいマイクロシステムでは、材料の変形を利用したヒンジ機構が適しているといえる。

さらに羽の羽ばたき周波数は、外骨格系の固有振動数に一致しており、小さい昆虫ほど周波数が高くなっている。トンボなどの大型昆虫は20~30Hz、ハチは約250Hz、体長1mmほどのアザミウマは1000Hz以上である。このことにより、エネルギーを効率よく利用していると考えられる。

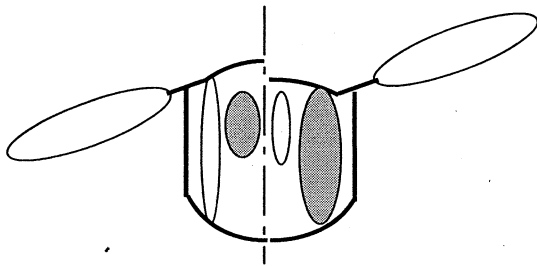


Fig. 5 Insect thorax

#### 4. マイクロ機械技術の体系化

以上述べてきたように、昆虫の構造は、マイクロシステムの設計のヒントとなる要素を多数含んでいる。また、コオロギは弾性力により体長の何倍もの高さまで跳躍し、アメンボは表面張力により水面を移動し、トンボは羽ばたきにより揚力と抗力を利用して飛翔を行うなど、昆虫はスケール効果を巧みに利用した合理的な設計となっている。昆虫の構造や機能からマイクロ機械システムの設計原理を抽出し、具体的なマイクロ機械システムを開発していくことを通して、マイクロ機械の設計指針が得られ、さまざまな要素技術を統合してシステムを構築する際に必要な技術や課題が明確となり、マイクロ技術の体系化が進むと考えられる。昆虫を規範としたマイクロシステムの開発の流れを図6に示す。

マイクロ機械を設計する際には、まず規範とする昆虫を決定し、昆虫の機構、運動を工学的に解析することが必要である。その過程で得られる昆虫の計測、解析、評価技術は、マイクロ機械の計測、解析、評価にも応用可能であり、マイクロ機械工学の体系化に寄与する。昆虫の解析を通して要求機能を実現するための設計指針が得られた場合には、その本質的な部分のみを採用して機構の単純化を行い、具体的な機構の設計、製作、実装を行う。自立的なマイクロ機械を実現するためには、エネルギー源の搭載と、マクロ世界とのインタフェースが必要となり、現状の技術では全体の大きさが昆虫に比べて大きくなることはやむを得ないことである。しかし、センチ、インチオーダの構造であっても、スケール効果を考慮すれば、マイクロ加工技術を応用して表面にマイクロ、ナノオーダの微細構造や物理・化学的な修飾を施したり、マイクロセンサ、マイクロアクチュエータを埋め込んで表面の機能を付与することが極めて有効であり、それを実現するためには昆虫の表面構造などが大いに参考になる。

以上のようなプロセスを繰り返すことにより、目標とするマイクロ機械システムが実現され、その過程で得られる設計、加工、実装、評価などの知見を汎用化して蓄積することにより、マイクロ機械技術の体系化を進めることが可能となる。

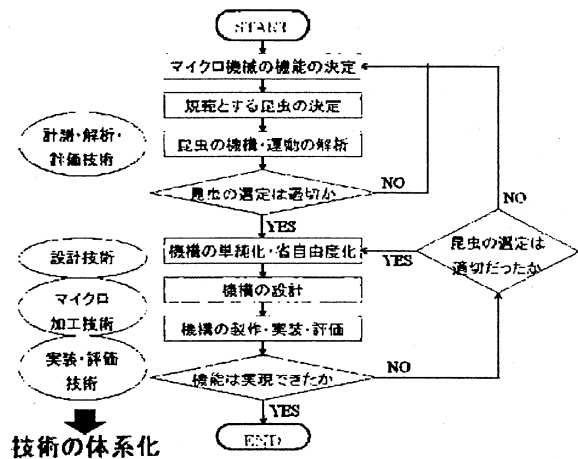


Fig. 6 Development of Insect-Based Microsystems

#### 文 献

- (1) L.S. Fan, Y. C. Tai and R.S. Muller, "Pin Joints, Gears, Springs, Cranks and Other Novel Micromechanical Structures," Technical Digest of 4th Int. Conf. on Solid-State Sensors and Actuators (Transducers '87), 1987, pp. 849-852.



- (2) K. J. Gabriel, W. S. N. Trimmer and M. Mehregany, "Micro Gears and Turbines Etched from Silicon" Technical Digest of 4th Int. Conf. on Solid-State Sensors and Actuators (Transducers '87), 1987, pp. 853-856.
- (3) マイクロマシン技術総覧編集委員会編, "マイクロマシン技術総覧," 産業技術サービスセンター, 2003, pp.37-46.
- (4) Israelachvili, J. N., Intermolecular and surface forces, 2<sup>nd</sup> Edition, Academic Press, 1991. (日本語訳) J.N. イスラエルアチヴィリ著, 近藤保・大島広行訳, 分子間力と表面力 第2版, 朝倉書店, 1996.
- (5) 奥山喜久夫, 増田弘昭, 東谷公, 近沢正敏, 金澤孝文, "2粒子間相互作用," 粉体工学会誌, 22, 7, 1985, 452-475.
- (6) 東昭, "生物・その素晴らしい動き," 共立出版, 1986.
- (7) 河内啓二, "生物の飛び方," パリティ, 10-8, 1995, pp. 32-35.
- (8) 山口恒夫監修 "昆虫はスーパー脳 ヒトと対局の進化で身に付けた「超能力」," 技術評論社, 2008.
- (9) R. F. Chapman "The Insects, Structure and Function," Harvard University Press, 1982.

## 5.2. マイクロ機構の開発

鈴木健司

### 1. 緒 言

近年、集積回路 (IC) の製造技術を機械要素の加工に拡張し、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 MEMS (Micro Electro Mechanical Systems) の研究が盛んに行われている。本研究は、MEMS 技術を、昆虫をモデルとしてマイクロ機械システムの開発。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。昆虫の種の数には 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、単純な機構によって、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。このような昆虫の優れた機構を工学的に解明し、マイクロ機構として再現することを研究の目的としている。

### 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えるため、体内の水分が蒸発しやすいが、外骨格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果たしている。Fig. 1 は、ハエや蚊などの小型昆虫の胸部の断面を示している。翅の打ち上下、打ち下ろしには、翅に直接付いた筋肉ではなく、外骨格内を縦横に走る筋肉が収縮し、外骨格が変形することによって、結果的に翅の動きが生じる。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機構になっており、摩擦のないスムーズな動作を実現している。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. 2 のようなヒンジ機構を開発した<sup>(1)</sup>。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、平板の寸法は数百  $\mu\text{m}$  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、薄膜で構成される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外骨格のような運動を実現することを試みた。

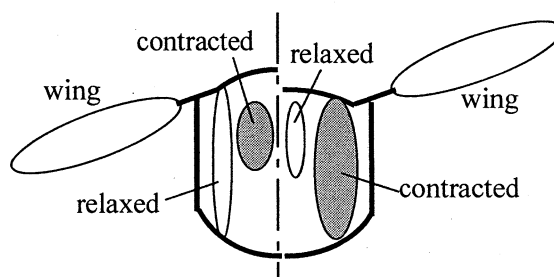


Fig. 1 Exoskeleton of insect thorax<sup>(1)</sup>

Fig 3 はヒンジ機構の製作プロセスを示している。シリコン基板にスパッタリングにより平板材料の酸化シリコン ( $\text{SiO}_2$ ) を  $3\mu\text{m}$  成膜する。アルミ膜と電子ビーム (EB) 用レジストを成膜し、EB により平板の形状を直接描画してマスクを作成し、シリコン酸化膜を  $\text{CF}_4$  ガスによりプラズマエッチングを行う。EB 用レジストはプラズマエッチング耐性が弱いためアルミ膜も使用した。次に、ヒンジ材料の厚さ  $3\mu\text{m}$  のポリイミドをスピコーティングで成膜する。ポリイミドは HD マイクロシステム社の PIX-1400 を使用した、1 層目と同様にアルミ膜と EB 用レジストをマスクとし、 $\text{O}_2$  ガスでプラズマエッチングを行ってヒンジ形状を加工する。最後に、 $\text{SF}_6$  ガスによる等方性プラズマエッチングで可動する平板を基板から分離する。

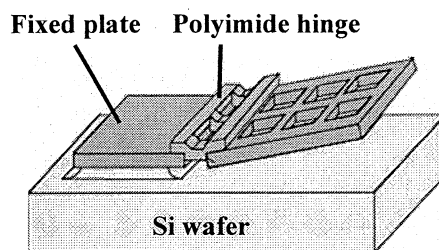


Fig. 2 Hinged mechanism

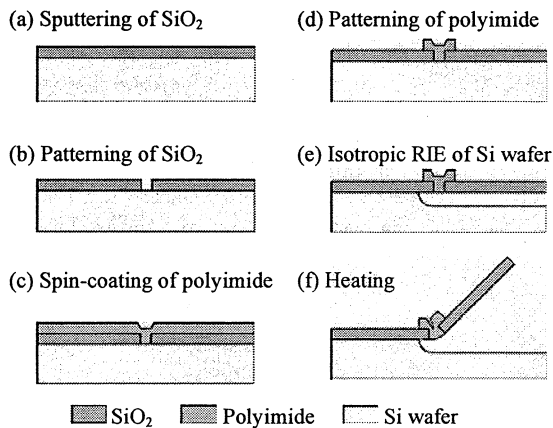


Fig. 3 Fabrication process

### 3. ヒンジ機構の自動組立

Fig.2 のヒンジ機構を組み立てて立体的な機構を得るためには、顕微鏡下でマイクロプローブなどを用いる必要がある。しかし、マイクロプローブでは複雑な操作は困難なこと、顕微鏡の焦点深度が浅く3次元の観察が困難なことなどから、大量生産には手動の組立ては適さない。このため3次元機構の自動組み立ての手法がこれまでにいくつか提案されてきた<sup>(2),(8)</sup>。本研究では、従来に比べてさらにシンプルな製作、組み立て工程により多数のヒンジ機構を同時に自動的に組み立てる手法を提案する。ポリイミドは、約 500 度の加熱により材料の炭化が始まり、収縮硬化する特性を持つ<sup>(9)</sup>。この特性を利用すれば、熱収縮によって広範囲の角度にヒンジを折り曲げ、熱硬化によりその状態を保持することが可能である。Fig.2 のポリイミドのヒンジ機構を加熱すると、ヒンジの膜厚方向の収縮は拘束なく起こるが、長さ方向には平板と密着しているためにポリイミド膜の下面のみが拘束される。膜の上部は拘束されていないため下部よりも大きな収縮が発生する (Fig.4(a))。この収縮の差により、膜の内部に応力が生じ、ポリイミドヒンジは上方に屈曲する。収縮が進行するにつれて屈曲角度は増加する (Fig.4(b))。本研究では、このような薄膜の熱収縮による屈曲を利用して、2次元に展開した構造から3次元構造への組み立てを行う。実際に加熱により屈曲したヒンジ機構の SEM 写真を Fig.5 に示す。

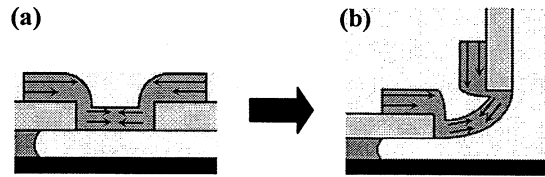


Fig.4 Principle of self-assembly

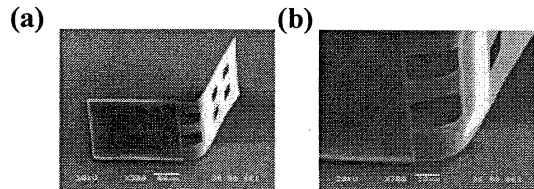


Fig.5 Self-assembled hinge

### 4. ヒンジ機構の自動組立

3次元構造を組み立てるためには、ヒンジを任意の角度に折り曲げ、保持することが必要である。熱処理によるマイクロ機構の起き上がる角度は、熱処理の温度、時間、ヒンジの長さで決まる。実験により、3つのパラメータと角度の関係を調べた。

その結果、ヒンジが屈曲し始める温度は 500°C であり、それ以下では角度変化しない。また、500°C 以上では、収縮が大きすぎ、ヒンジの破断や平板のそりが生じるため、温度は 500°C が最適であることがわかった。またヒンジの長さを変えたところ、長さが 50 μm を超えると、ヒンジたわんで基板の付着することがあった。したがって、ヒンジの角度を広範囲に変化させるためには、ヒンジの長さを 50 μm 以下にして、熱処理時間を制御することが最適であるという結果が得られた。

Fig.6 は長さ 10, 30, 50 μm の3種類のヒンジを製作し、温度を 500°C 一定に保って加熱時間を変化させたときのヒンジの屈曲角度を示している。熱処理時間が長くなるほど、またヒンジの長さが長くなるほど角度が増加している。また加熱時間に対して屈曲角度はほぼリニアに変化することが確認された。

この組み立て手法を用いて、Fig.7 に示す展開図からマイクロキューブを自動的に組み立てる実験を行った。展開図の右端の固定平板から、5つの平板がポリイミドで結合された機構になっている。正方形の一辺の長さは 210 μm である。ポリイミドのパターンは各平板で同じ形状とした。また、ヒンジと直交する方向には、平板全体にポリイミドを付けヒンジどうしをつなげることによって、収縮の拘束力を

大きくし、各ヒンジを一樣に大きな角度まで屈曲させることが可能になる。

組立てプロセスを可視化するために、Fig.8 のような加熱装置を使用した。加熱中のポリイミドの劣化を防ぐため、窒素ガス雰囲気中で実験を行った。また、CCD マイクロスコープをサンプルに近づけて観察するため赤外線ヒータにより局所的に加熱を行った。サンプルの温度は熱電対により計測し、フィードバック制御を行った。ヒンジの長さを  $30\mu\text{m}$  とし、加熱条件は  $500^\circ\text{C}$  で 90 分とした。

Fig.9 に実験中の加熱温度の時間変化を示し、Fig.9 の(a) から(f) の状態に対応するサンプルの写真を Fig.10 に示す。温度を  $300^\circ\text{C}$  まであげると、初期にわずかに屈曲していたヒンジが一旦まっすぐに伸びる様子が観察された。これはポリイミドがガラス転移点の近くまで加熱され、応力が解放されたためと考えられる。

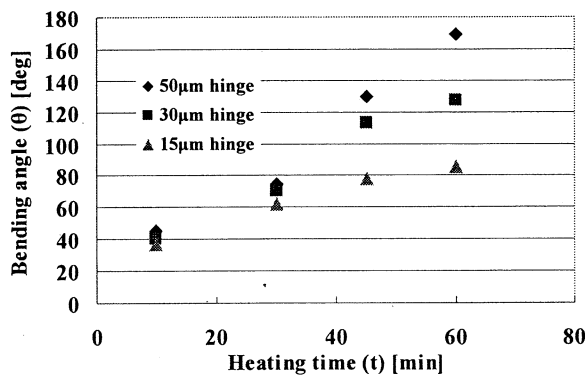


Fig. 6 Variation of bending angle with heating time for three different hinge lengths

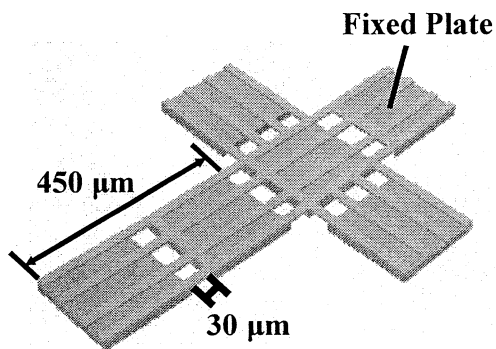


Fig.7 Planar structure for assembling a microcube.

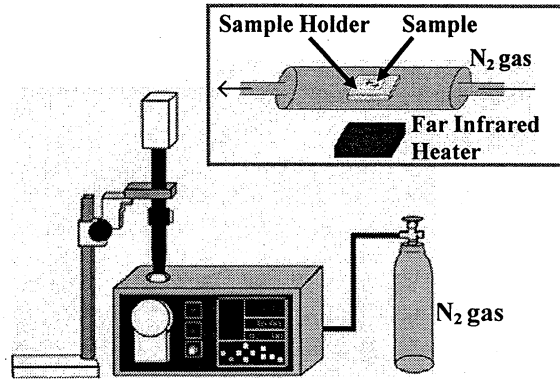


Fig. 8 Experimental setup for visualizing the curing process.

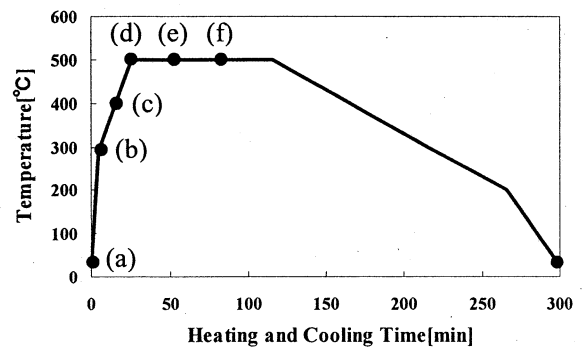


Fig.9 Time variation of curing temperature

その後、温度が  $400^\circ\text{C}$  程度に達すると屈曲が始まり、温度を  $500^\circ\text{C}$  に保っている間に屈曲角度が徐々に増加した。90 分経過した時点で各ヒンジの角度はほぼ  $90^\circ$  に達した。屈曲が  $90^\circ$  以上になると立方体の各面が接触し、ストッパーにより機構的に屈曲がとまるようになっている。

その後、温度をゆっくり室温まで下げたが、ヒンジの角度は  $90^\circ$  を保ち、冷却後も屈曲が維持されることが確認された。

Fig. 11 に組み立てられたマイクロキューブの SEM 写真を示す。1 枚のシリコン基板の上に多数の構造が同時に組み立てられることが確認された。以上の実験により、提案する組立手法の有効性を検証することができた。

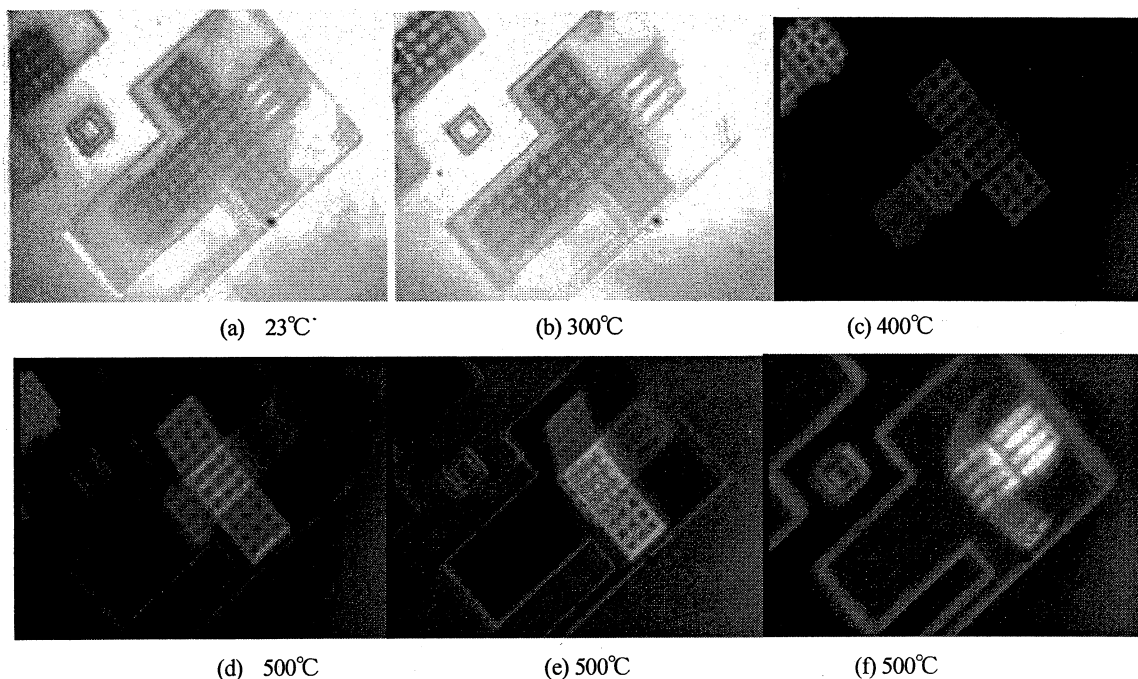


Fig. 10 Captured images showing the self-assembly process of a microcube

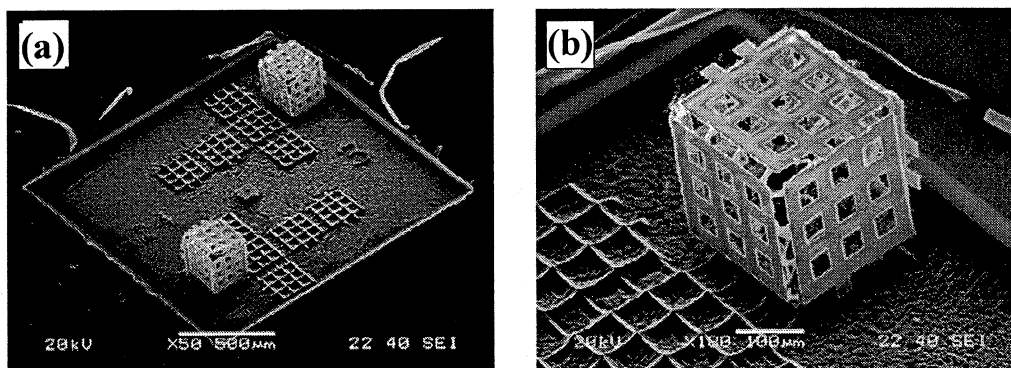


Fig. 11 SEM photographs of the self-assembled microcubes

#### 4 結言

ポリイミドに熱処理を行った際の収縮と硬化の特性変化を利用して、マイクロヒンジ機構を、シンプルな工程により自動的に組み立てることに成功した。構造の角度は、ポリイミドヒンジの長さを  $50\mu\text{m}$  以下にして、熱処理時間により制御することが可能である。提案した手法を用いて一辺  $210\mu\text{m}$  の5つのヒンジを有する立方体を展開図の状態から自動的に組み立てることに成功し、この手法の有効性を示した。

#### 文 献

(1) K. Suzuki, I. Shimoyama and H. Miura: "Insect-Model Based Microrobot with Elastic Hinges," IEEE Journal

of Microelectromechanical Systems, Vol. 3, No. 1, pp. 4-9 1994.

- (2) O. C. Jeong, S. Kusuda, and S. Konishi: "All PDMS Pneumatic Balloon Actuators for Bidirectional Motion of Micro Finger," Proc. 18th Int. Conference on Micro Electro Mechanical Systems, pp. 407-410 2005.
- (3) Y. Lu, Z. An and C. J. Kim: "A Microhand: Modeling, Manufacturing, and Demonstration," Proc. 18th Int. Conference on Micro Electro Mechanical Systems, pp. 650-653 2005.
- (4) I. Shimoyama, O. Kano, and H. Miura: "3D Microstructures Folded by Lorentz Force," in Proc. 11th Int. Conference on Micro Electro Mechanical System, pp. 24-28, 1998.
- (5) T. Akiyama, D. Collard and H. Fujita: "Scrach Drive Actuator with Mechanical Links for Self-assembly of Three-dimensional MEMS," IEEE Journal of

- Microelectromechanical Systems, Vol. 3, No. 1, pp.4-9, 1994.
- (6) E. Iwase, I. Shimoyama: "Multistep Sequential Batch Assembly of Three-Dimensional Ferromagnetic Microstructures with Elastic Hinges," IEEE Journal of Microelectromechanical Systems, Vol. 14, No. 6, pp.1265-1271, 2005.
- (7) R. A. Syms, M. Yeatman, V. M. Bright, G. M. Whitesides: "Surface Tension-Powered Self-Assembly of Microstructure - The State-of-Art," IEEE Journal of Microelectromechanical Systems, Vol. 12, No. 4, pp. 387-417, 2003.
- (8) T. Ebefors, J. Mattsson, E. Kalvesten, G. Stemme: "Dynamic actuation of polyimide V-groove joints by electrical heating," Sensors and Actuators, A67, pp. 199-204, 1998.
- (9) K. Naka, H. Nagase, M. Ichiyangi and S. Konishi: "Pyrolyzed-Polyimide for MEMS Application," Proceedings of the 21st Sensor Symposium, pp. 461-464, 2004.

### 5.3. マイクロアクチュエータの開発

鈴木 健司

#### 1. 結 言

マイクロ機械の設計においては、スケール効果によりマクロな機械部品では無視できるような表面張力などを考慮する必要がある。MEMSの製作プロセスにおいては、メニスカス力によるマイクロ機械要素の基板への貼り付きなどが問題になっている。しかし近年、このメニスカス力を斥力として利用することにより摩擦や摩耗を低減し、液滴を輸送する技術<sup>(1)</sup>や、液滴を潤滑に利用するという考え方<sup>(2)</sup>が生まれてきている。本研究ではこれらの背景から液滴によって物体を支持し、かつその液滴を輸送することにより物体を搬送するマイクロアクチュエータの研究をおこなった。液体としては表面張力の大きい純水を使用した。本研究で製作したマイクロモータの概念図をFig. 1に示す。マイクロモータは、水滴を輸送するステータ部、その上に載る水滴、水滴によって支持されるロータから構成されている。水滴を輸送する技術として化学チップなどの分野で多く用いられているEWOD (Electro Wetting On Dielectric) を利用している。

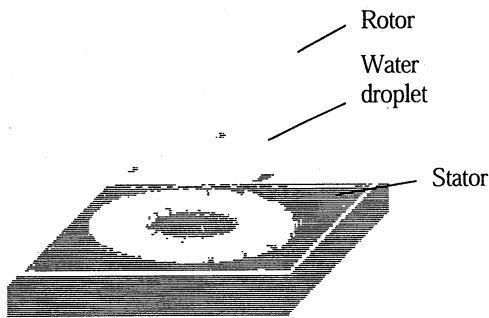


Fig. 1 Micromotor utilizing surface tension of water droplets

#### 2. EWODの原理

EWODを利用した液滴輸送原理をFig. 2に示す。誘電体層に挟まれた二つの電極を製作し、その上に撥水性の膜を形成する。その二つの電極に電圧をかけると電位の高い側の液滴の接触角が変化する。このことは静電力により説明できる<sup>(3,4)</sup>。

#### ① 液滴がグラウンドに接続されている場合

液滴を導体と仮定する。Fig. 2のように電圧を印加した場合、Fig. 3のように電極の位置がずれたコンデンサに電圧を加えることと等価となり、電極と液滴の重なりが大きくなる方向に静電力が働く。したがって液滴は図の右方向に移動し、液滴と電極が重なった位置で平衡に達する。液滴と個体、気体の接触線に働く単位長さ当たりの静電力は、電圧を $V$ 、電極と水滴の間隔を $d$ 、真空の誘電率と誘電膜の比誘電率をそれぞれ $\epsilon_0, \epsilon$  とすると

$$F_e = \frac{\epsilon\epsilon_0 V^2}{2d} \quad (1)$$

と表される。液体、固体、気体の接触線における静電力と表面張力のつりあいの式は次のようになる。

$$\gamma_L \cos \theta_E = \gamma_S - \gamma_{SL} + \frac{\epsilon\epsilon_0 V^2}{2d} \quad (2)$$

これを変形すると、電圧を印加した側の液滴の接触角 $\theta_E$ が得られる。

$$\cos \theta_E = \frac{\gamma_S - \gamma_{SL}}{\gamma_L} + \frac{\epsilon\epsilon_0 V^2}{2d\gamma_L} = \cos \theta + \frac{\epsilon\epsilon_0 V^2}{2d\gamma_L} \quad (3)$$

$\theta_E$  はもともとの接触角 $\theta$ に比べて減少する。これは電界により濡れ性が増加したと解釈することもできる。

#### ② 液滴がグラウンドに接続されていない場合

この場合は、液滴の電位は不定となる。液滴を導体と仮定すると、Fig. 5のようなコンデンサ回路と等価である。液滴内の電荷は保存するので、コンデンサ $C_1, C_2$ に蓄えられる電荷量は等しい。電荷量を $Q$ 、電極の面積を $S_1, S_2$  とすると、

$$Q = C_1 V_1 = C_2 V_2 \quad (4)$$

$$\frac{V_2}{V_1} = \frac{C_1}{C_2} = \frac{S_1}{S_2} \quad (5)$$

液滴に働く左向き、右向きの静電力をそれぞれ $F_1, F_2$ とすれば

$$F_1 = \frac{\epsilon\epsilon_0 V_1^2}{2d} \quad F_2 = \frac{\epsilon\epsilon_0 V_2^2}{2d} \quad (6)$$

$$F_1 : F_2 = V_1^2 : V_2^2 = S_2^2 : S_1^2 \quad (7)$$

液滴が中央より左にあるときは  $F_1 < F_2$ , 右にあるときは  $F_1 > F_2$  であるから, 液滴は2つの電極の中央に移動して平衡に達する.

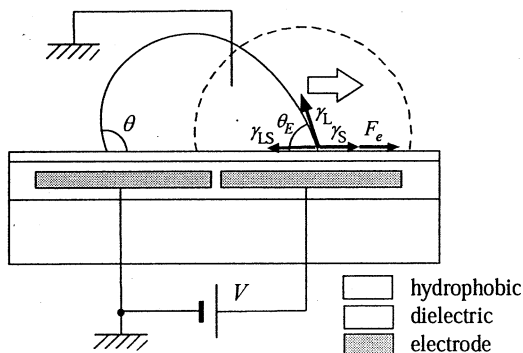


Fig. 2 Principle of EWOD. The droplet is grounded.

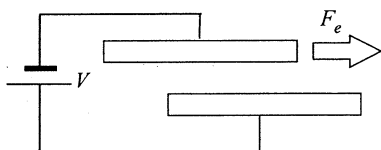


Fig. 3 Equivalent circuit

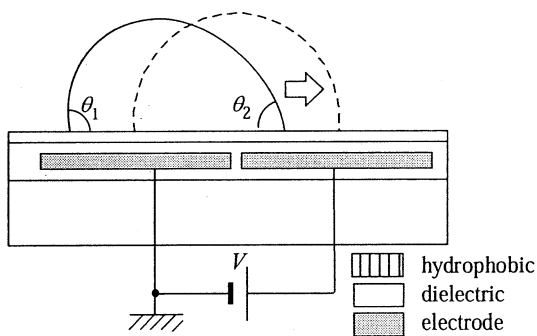


Fig. 4 ungrounded droplet

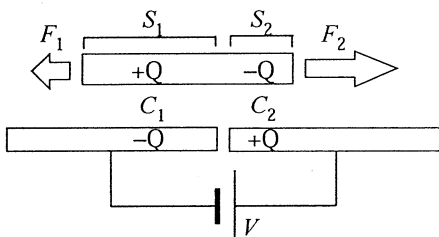


Fig. 5 Equivalent circuit

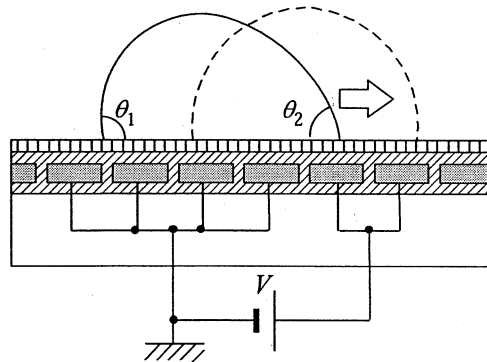


Fig. 6 Continuous motion of ungrounded droplet

液滴を連続的に移動させるためには, Fig. 6 のように電極のピッチを水滴に比べて小さくし, 電圧を印加する電極が常に水滴の移動する方向に偏るようにすればよい.

### 3. メニスカスによる物体支持の原理

メニスカスとは, 液体が固体表面と接するとき, 両者の分子間に働く付着力と液体分子間の凝集力の大小関係で生じる湾曲した液体表面のことである. メニスカスによって生じる力をメニスカス力という.

撥水性が高い平面間では, 液滴は凸形状となり, 表面張力により表面積を小さくしようとするため, メニスカスの内部では圧力が上がり, 二平面間をひき離す方向に力がはたらく. その際液滴は Fig. 7 のような凸型メニスカスを形成する. 本研究では試料の平面を撥水化することにより, 凸型のメニスカスを形成させた. また, これによる斥力を利用することによって物体の支持, 駆動力の伝達, 固体接触の回避による摩擦力の低減をおこなった.

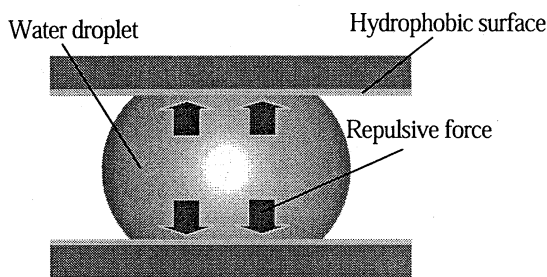


Fig. 7 Support of the normal load using meniscus force of water droplets

### 4. 水滴輸送実験

2章で述べた理論モデルを検証するため, 水滴輸送実験を行った. 一般に EWOD による水滴輸送では, 水滴の電位を安定させるために上面にグラウンド電極を設ける場合が多い. しかし, 本研究におい



では水滴上に被輸送物を載せるため上部に電極を配置することができない。そこでグラウンド電極を下部基板の撥水膜と誘電膜の間に配置することにした<sup>9)</sup>。下部基板の構成を Fig. 8 に示す。幅 500 $\mu\text{m}$  の制御用電極を 100  $\mu\text{m}$  の間隔をあけて配置し、その間に制御用電極に干渉しないよう幅 50 $\mu\text{m}$  の GND 電極を配置した。また表面には撥水膜として teflon AF を塗布した。水滴とグラウンド電極は接しているわけではなく、間に撥水膜を挟んだコンデンサと等価になるが、撥水膜が十分に薄いため、水滴と制御電極との間のコンデンサに比べて静電容量が大きくなる。このため、水滴の電位は 0V に近くなると考えられる。

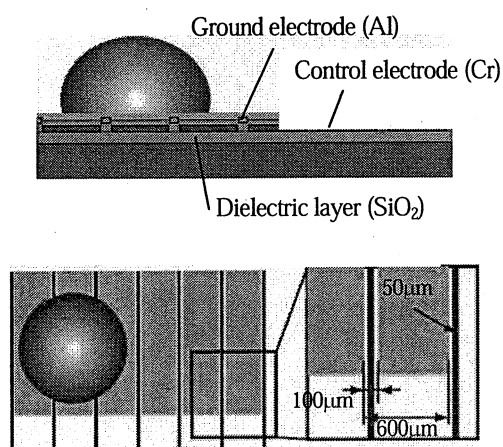


Fig. 8 EWOD with ground electrodes in the bottom plate

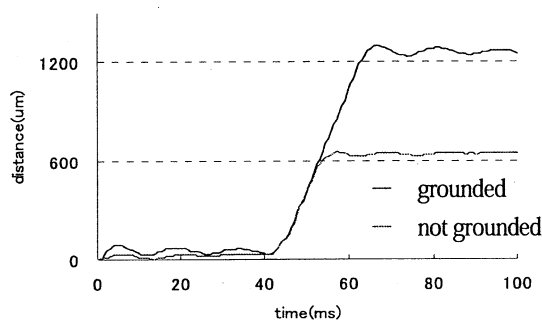


Fig. 9 Droplet motion

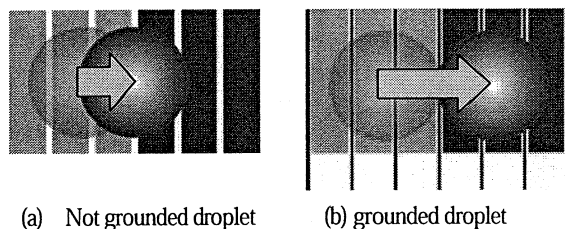


Fig. 10 Motion of the droplet

グラウンド電極を設けた場合と設けない場合で水滴輸送実験を行い、両者を比較した。水滴の変位を Fig. 9 に示す。Fig. 10 (a) のようにグラウンド電極が無い場合、水滴は正負の電極の中間で停止しているのに対し、Fig. 10 (b) のようにグラウンド電極を基板内に配置した場合は完全に正電極側に移動し、移動距離はグラウンド電極が無い場合のほぼ2倍となった。また水滴の移動速度は、どちらもほぼ等しくなった。以上の結果から、Fig. 8 のグラウンド電極の配置が、水滴を接地するのに有効であることが確認された。

## 5. 微小物体搬送実験

EWOD による水滴移動と、メニスカス力による物体支持を組み合わせたマイクロモータを製作した。製作を容易にするため、基板にはグラウンド電極を設けない構造とした。ステータは電極を円形に 18 極になるように配置している。円の外径は 4.5mm、内径は 2mm 電極間のギャップは 50  $\mu\text{m}$  となっている。

Fig. 11 に製作プロセスを示す。まず Si 基板上に絶縁層である SiO<sub>2</sub> (膜厚 3 $\mu\text{m}$ ) をスパッタリングし、その上に Cr (膜厚 150nm) を成膜、OFPR800 レジストを用いて電極をパターンニングする。その上にさらに SiO<sub>2</sub> (膜厚 500nm) をスパッタリングし、電極を一部露出させるために、Al をマスクとして CF<sub>4</sub> ガスを用いたプラズマエッチングでパターンニングした。最後に撥水膜を形成するために Teflon AF をスピニングした。

ロータは、撥水性を高めるために細かい凹凸をパターンニングした PDMS (Polydimethylsiloxane) を用い、直径 5mm の円形に加工した。

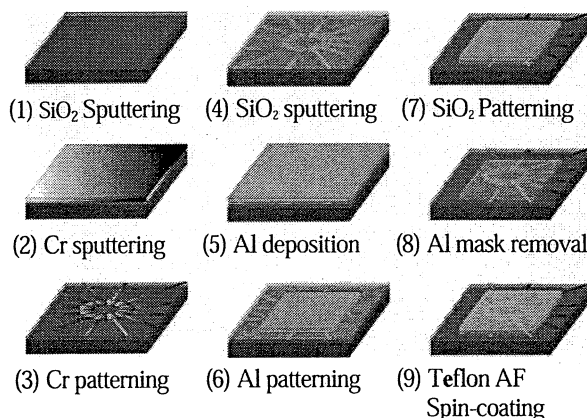


Fig. 11 Fabrication process for stator

水滴輸送のためのシステム図を Fig. 12 に示す。ファンクションジェネレータからの方形波を切り替えのタイミングとして用い、PIC により制御用の電圧パターンを生成し、FET を用いて 100V に増圧してマイクロモータに入力する。電圧のパターンは Fig. 9 のタイミングチャートに示すように、連続する 3 つの電極に同時に電圧を印加し、1 ステップ毎に順次シフトさせた。ステータは 3 分割されているため、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、 $1\mu\text{L}$  の水滴を  $0.11\text{ m/s}$  で輸送することができた。

次にステータ上に 3 個の水滴 ( $1\mu\text{L}$ ) を配置し、その上に 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. 13 に示す。質量  $7.7\text{ mg}$ 、直径  $5\text{ mm}$  のロータを載せた状態で  $320\text{ rpm}$  (水滴速度  $0.08\text{ m/s}$ ) でマイクロモータを駆動させることができた。

また、同様のシステムを用いリニアでの物体搬送実験をおこなった。リニアアクチュエータの構造と写真を Fig. 14 に示す。電極は 24 極 (6 相)、印加電圧は  $100\text{V}$  とした。4 個の水滴 ( $4\mu\text{L}$ ) の上に SU-8 を用いて製作した  $7.5\text{ mm}$  四方、 $20\text{ mg}$  の搬送物を載せ物体搬送実験をおこない  $8.25\text{ mm/s}$  で物体を直線方向に駆動することに成功した。

## 7. 結言

EWOD による液滴輸送と、撥水面上の液滴による荷重支持を利用して、液滴の用いたアクチュエータを提案した。このアクチュエータは、液滴の表面張力と静電力を利用しており、マイクロスケールに適したものと言える。まず EWOD の理論モデルを実験により検証するため水滴輸送実験を行い、GND 電極の有無による液滴の挙動の違いを調べた。次に、水滴によって微小物体を支持して駆動するマイクロアクチュエータを製作し、物体を直線、回転運動させることに成功した。

## 文 献

- (1) 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, 東京, 2000, pp. 3-4
- (2) Altti Torkkeli, Ari Haara, jaakko Saarihahti, Harri Harma, Tero Soukka, and Fertti Tolonen, “Droplet Manipulation on a Superhydrophobic Surface for Microchemical Analysis,” The 11th International

- Conference on Solid- State Sensors and Actuators, Munich, Germany, June 10-14, 2001, pp. 1150-1153
- (3) Christopher G. Cooney, et al., “Electrowetting droplet microfluidics on a single planar surface,” *Microfluidics and Nanofluidics*, Vol. 2, No. 5, 2006, pp.435-446.
- (4) Masao Washizu, “Electrostatic Actuation of Liquid Droplets for Microreactor Applications,” *IEEE Trans. on Industry Applications*, 34, 4, 1998, pp.732-737.
- (5) M. G. Pollack, A. D. Shederov and R. B. Fair, “Electrowetting-based actuation of droplets for integrated microfluidics,” *Lab on a Chip*, 2, 2002, pp.96-101.

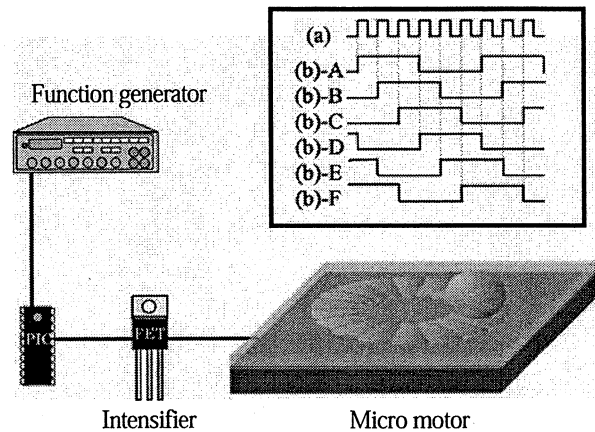


Fig. 12 Experimental setup for droplet transration

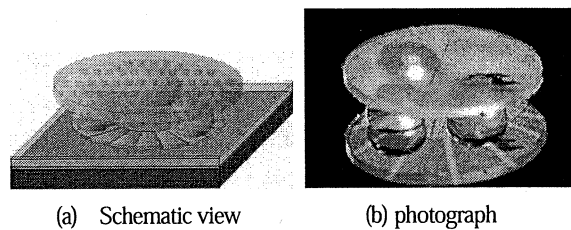


Fig. 13 Micro motor

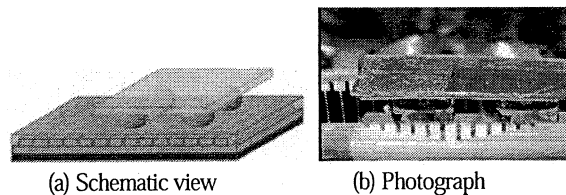


Fig. 14 Linear actuator

## 5.4. マイクロロボットの開発

鈴木 健司

### 1. 緒言

マイクロ機械システム的具体例として、自立的に移動する小型ロボットを取り上げる。近年ロボット工学の分野では、ヒューマノイドロボットのように人間と共存し人間の活動支援を目指すロボットや、被災地や地雷除去、惑星探査など危険な場所で活躍するロボットなどが盛んに研究されている。物の運搬などの物理的な作業を伴うロボットは、ある程度の大きさやパワーが必要である。一方、様々な環境で情報を取得しパソコンや携帯電話に送信するようなロボットであれば、昆虫のように小さなロボットでも役立つことができ、人体や狭所などの情報を得るためには小さいことがメリットとなると考えられる。そこで、我々は昆虫を規範とし自立的な移動機能を持つ小型ロボットの開発を行っている。

ロボットを小型化する上での最大の問題は、バッテリーなどのエネルギー源と、それを有効な仕事に変換するアクチュエータの小型化が困難であることである。生物が食物から化学的エネルギーを取り込み、筋肉で動力を作り出すしくみは、小型軽量で高効率という点で極めて優れており、これに匹敵する人工的なシステムは現在のところ存在しない。このため、バッテリーとアクチュエータを搭載し、ロボットを自立的に移動させるためには、現状では数センチ程度の大きさが必要となる。ただし、この程度の大きさであっても、スケール効果により従来の機械に比べて物体表面の物理、化学的な性状がロボットの挙動に大きな影響を及ぼすようになる。そこで、マイクロ加工技術を利用して機械要素を小型化するとともに、表面に微細な構造やセンサ、アクチュエータなどを作り込み、表面現象を利用することによって、小さいことを生かしたロボットを開発することを目標とする。マイクロ領域に特有な機能を実現するために、昆虫の優れた能力を工学的に解明し、ロボットとして再現することとした。

### 2. アメンボの水面移動

以上のコンセプトに基づくマイクロロボットとして、アメンボを規範とした水面移動ロボットを取り上げる。アメンボの脚には Fig.1 に示すように無数の細かい体毛に覆われていて、さらに脚表面でロウ

のように水をはじく物質を分泌することにより、脚が水に濡れることがない<sup>(1)</sup>。また、毛と毛の間に入り込んだ空気が水をはじき、水と脚の接触角を上げる効果を得ることが出来る。つまり、アメンボの支持脚は、細かい毛により表面に凹凸をつけることで撥水性を増す効果を得ている。これにより、支持脚が水面を破ることなく表面張力を利用し水面上に浮かび、水面上を移動することができる。

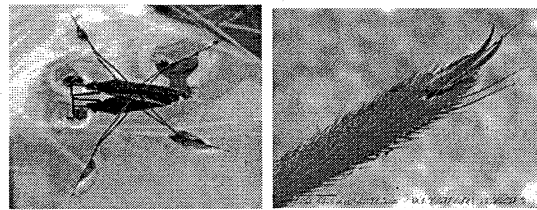


Fig.1 Water strider

アメンボ型の移動ロボットの研究は従来にもいくつか行われている。中村ら<sup>(2)</sup>は、浮力で浮かぶ水面移動ロボットを開発している。Huら<sup>(3)</sup>は、アメンボの水面移動における運動量の伝達メカニズムを解明し、表面張力で水面上に浮き弾性体に蓄えられたエネルギーで推進する Robostrider と呼ばれるロボットを開発している。Y. S. Song, M. Sitti らは、表面張力による支持力の理論を導出し<sup>(4)</sup>、表面張力で浮く 1g の Water Walker と呼ばれるロボットを開発している<sup>(5)</sup>。圧電アクチュエータにより脚を振動させて推進力を得るが、バッテリーは搭載していない。また、DC モータ 2 個とバッテリーを搭載し、推進用の脚を回転させて前進とその場回転を行う 6.13g の自立型ロボットも開発している<sup>(6)</sup>。

本研究では、表面張力による荷重支持と脚の引き離し力の理論を解析的に導き、実験との比較を行った。また半導体製造技術を用いて円筒面にマイクロ加工表面を有する撥水性の支持脚を開発し、振動モータによる脚の共振を利用して自立的に並進・旋回移動する水面移動ロボットの製作を行った。

### 3. 水面上の支持脚に働く力

**3・1 支持力** Fig. 2 に支持脚の 2 次元モデルを示す。脚を半径  $r$  の長く一樣な円柱形と仮定し、表面の水の接触角を  $\theta_c$  とする。支持脚に作用する

垂直方向の単位長さあたりの支持力  $F$  は、表面張力  $F_s$  と円柱の下面に接する水から受ける浮力  $F_b$  の和になる。

$$F = F_b + F_s \quad (1)$$

浮力  $F_b$  は、円柱の下面に接する水から受ける静水圧  $p$  の垂直方向の成分の積分値となる。表面張力  $F_s$  による力は、固体・液体・気体の境界線に働く水の表面張力  $\gamma$  の垂直方向成分となる。また、支持力  $F$  は円柱によっては排除された流体の重量に等しいことが証明されている[5]。すなわち、浮力  $F_b$  は、Fig.2 の中で示される  $S_1$  に比例し、表面張力  $F_s$  は  $S_2$  に比例する。

$$F_b = \int_0^h p \cos \phi \cdot r d\phi = \rho g S_1 \quad (2)$$

$$F_s = 2\gamma \sin \theta_0 = \rho g S_2 \quad (3)$$

また、接触角  $\theta_c$  と  $\phi_0$ 、 $\theta_0$  の間には次の関係がある。

$$\phi_0 = \pi + \theta_0 - \theta_c \quad (4)$$

ラプラス圧力の式 (Young-Laplace equation) より、水面上の任意の点  $(x, z)$  における曲率半径を  $R$  とすると、水面の静水圧は曲率  $1/R$  に比例する。

$$p = -\rho g z = \frac{\gamma}{R} \quad (5)$$

また、Fig.2 のように水面の曲線を  $x = f(z)$  とおけば、

$$\frac{\rho g z}{\gamma} = -\frac{1}{R} = -\frac{f''(z)}{(1 + f'(z)^2)^{3/2}} \quad (6)$$

$z=0$ ,  $z=\infty$  における境界条件は

$$f(0) = \infty, \quad f(z_0) = x_0 \quad (7)$$

式(6)を  $z$  で積分し、境界条件 (7) を用いると次式が得られる。

$$\frac{\rho g z^2}{2\gamma} = 1 - \frac{f'(z)}{\sqrt{1 + f'(z)^2}} = 1 - \cos \theta \quad (8)$$

ここで

$$a = \sqrt{\frac{2\gamma}{\rho g}} \quad (9)$$

とおき、式 (8) を変形すると

$$z = \pm a \sqrt{1 - \cos \theta}, \quad (10)$$

$$f'(z) = \frac{a^2 - z^2}{-z\sqrt{2a^2 - z^2}} \quad (11)$$

式 (11) を  $z$  で積分すると、水面の式は次のように解析的に表される。

$$x = f(z) = \frac{a}{\sqrt{2}} \cosh^{-1} \left( \frac{\sqrt{2}a}{|z|} \right) - \sqrt{2a^2 - z^2} + C \quad (12)$$

積分定数  $C$  は式 (7) の境界条件によって決まる。

Fig.3 に式(12)で与えられる水面形状を示す。

また、式 (3) より、 $\theta_0 = \pi/2$  のとき表面張力  $F_s$  は最大値をとる。

$$(F_s)_{MAX} = 2\gamma \quad (13)$$

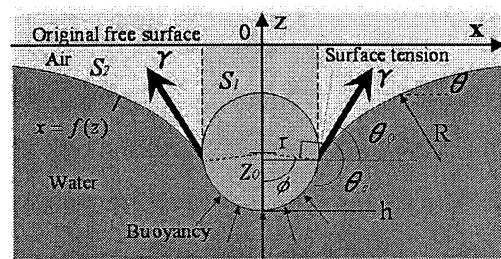


Fig.2 2D-model of a supporting leg.

このとき接触境界面の深さは  $a$  になる (Fig.4 (a)).

浮力は、支持脚の直径に依存する。20°Cのときの定数を代入すると、式 (9) の  $a$  の値は3.86mmとなる。直径が  $a$  よりはるかに小さい場合、浮力に比べて表面張力が支配的になる。支持脚の表面が疎水性であれば接触角に関係なく  $\theta_0 = \pi/2$  となり得るので、表面張力  $F_s$  の最大値は接触角によらず一定である。接触境界面の深さが  $a$  を超えると、 $\theta_0$  は  $\pi/2$  より大きくなる。このとき表面張力  $F_s$  は深さの増加により減少する。Fig.4 (b) は表面が破れる直前の水面形状を示しており、 $\theta_0 = \pi$  に達する前に円柱が水没する。

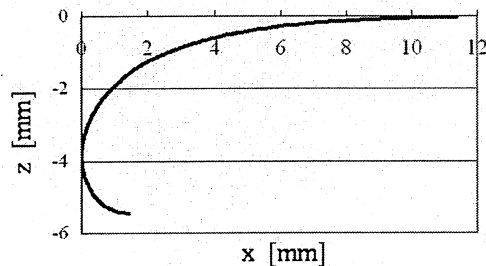


Fig.3 Water surface profile

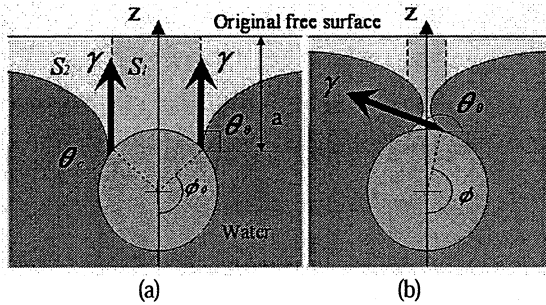


Fig. 4 Maximum surface tension force (a) and maximum depth (b)

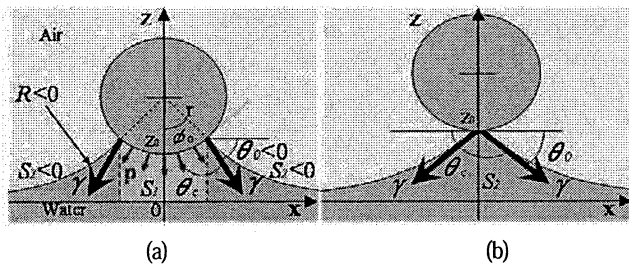


Fig. 5 Pull-off force

**3・2 引き離し力** 支持脚を水面から引き上げる時、Fig. 5(a) に示されるように水面は脚により上昇する。表面張力および浮力は式(2)、(3)より与えられ、符号が負になる。引き上げるために必要な力を引き離し力と定義する。支持脚が完全に水面から離れるときの水面形状を Fig. 5 (b) に示す。このとき、浮力はなくなり、引き離し力の最大値は次式より与えられる。

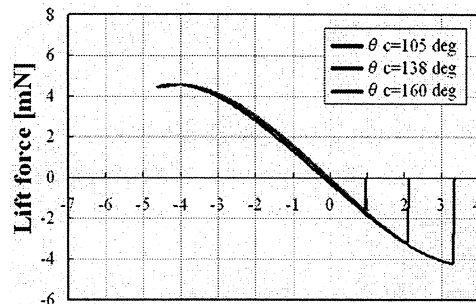
$$F = 2\gamma \sin \theta_0 = 2\gamma \sin \theta_c \quad (14)$$

式(14)は、接触角が大きいほど引き離し力が小さくなることを示している。したがって、アメンボの支持脚の高い疎水性は、支持力を増加させることよりも引き離し力を減少させる効果が大きいことがわかる。

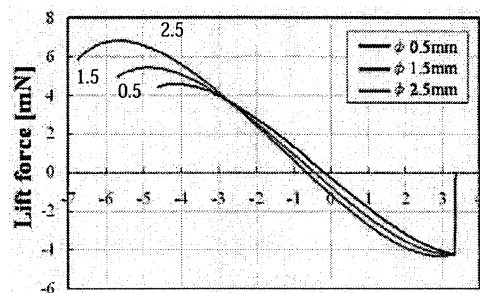
**3・3 解析結果** Fig. 6 は長さが30mmの支持脚の支持力と引き離し力を計算値を示す。支持脚の最下点の水面からの高さを  $h$  とする。Fig. 6 (a) は、脚表面の接触角の影響を示す、支持力は接触角にはほとんど依存しないが引き離し力は接触角が大きいほど小さくなる。Fig. 6 (b) は、接触角に対する支持脚の直径の影響を示す。

直径の増加により最大支持力が増加するのは、浮力の増加によるものである。しかしながら、支持脚の密度が水の密度以上である場合、浮力は支持脚の自重により相殺される。支持脚の自重を除いた正味

の支持力は、ほぼ表面張力成分  $F_s$  と等しくなり、支持脚の直径には依存しない。



(a) Effect of contact angle



(b) Effect of diameter

Fig. 6 Calculated lift force, The leg length is 30 mm.

#### 4. 半導体製造技術を用いた凹凸加工

半導体製造技術を用いて表面に凹凸加工を施し、凹凸面に撥水剤を塗布し水の接触角を上げることによって、アメンボの脚の表面構造と同等な効果を持つ支持脚を製作する。

**4・1 楕円構造による凹凸加工** シリコンウェハ上に紫外線厚膜フォトレジストのSU-8で鑄型を作製し、PDMS(Polydimethylsiloxane)を流し込み楕円型の構造を製作する。この構造を直径0.5mmの黄銅線に巻き付けフッ素系撥水剤FS-1010を塗布する。これにより、アメンボの支持脚表面の細毛と同じ構造を得ることが可能になる (Fig. 7(a))。

**4・2 SU-8を使用した円筒面への凹凸加工** 厚膜フォトレジストSU-8を浸漬により直径1.0mmの黄銅線に塗布し、円筒面を5回に分けて露光を行い現像することで凹凸面の製作する。パターン形状は直径が100μmの円柱形で、円柱の間隔は50μmである (Fig. 7(b))。

**4・3 エッチングによる凹凸加工** 紫外線フォトレジストのOFPRを浸漬により支持脚材料に塗布

し、円筒面を5回に分けて露光を行い現像する。その後、支持脚材料をエッチングすることで凹凸面を製作する。支持脚材料の表面に凹凸面を作成することで曲げ加工をすることができる。ここでは、アルミニウムと真鍮の2種類の金属を用いて凹凸面を製作した(Fig. 7(c)(d)).

パターンの形状はアルミが直径  $90\mu\text{m}$ 、間隔が  $110\mu\text{m}$ 、真鍮が直径  $100\mu\text{m}$  間隔が  $80\mu\text{m}$  である。Fig. 8 に製作プロセスを示す

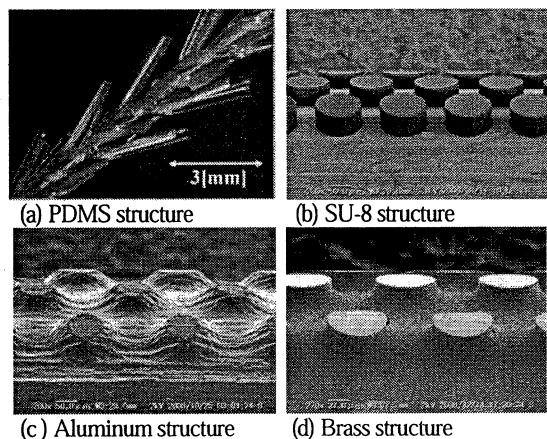
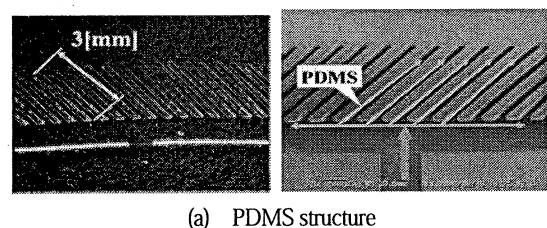
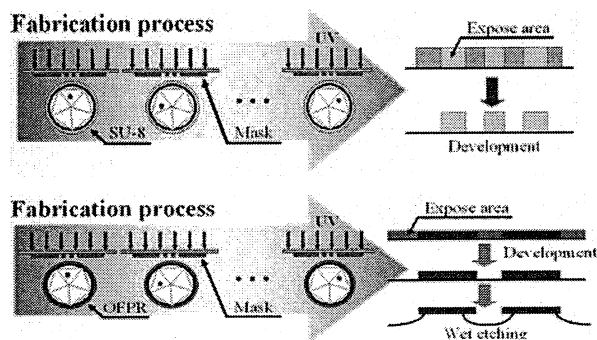


Fig. 7 Microstructures on cylindrical supporting legs.



(a) PDMS structure



(b) Patterning of cylindrical surfaces

Fig. 8 Fabrication process

## 5. 支持力と引き離し力の実験

**5.1 実験装置** 半導体製造技術を用いて表面に凹凸加工を施した支持脚を製作し、最大支持力と沈み込み深さ、水面からの引き離し力の測定を行

う。測定装置を Fig. 9 に示す。また、本実験で用いた試験片の接触角と寸法を Table 1 と Fig. 10 に示す。

支持脚を平行平板ばねのばね先に水面と平行になるように固定し、Z 軸ステージを Z 方向に動かすことで支持脚に対する水面の位置を変化させる。水面を上昇させ、支持脚と水面が接触する直前の位置を支持脚と水面までの距離のゼロ点とする。次に、水面を上昇させ、支持脚が完全に水没するまでの支持力の測定を行う。支持力と沈み込み深さは平行平板ばねとレーザー変位計を用いて測定し、平行平板ばねの先端の変位とばね定数より支持力を求める。引き離し力は、支持脚が完全に水没した状態から水面を下降させ、支持脚が完全に水面から離れるまで測定する。

**5.2 実験結果** 表面にマイクロ凹凸構造を持つ5種類の支持脚の実験結果を図 12 に示す。ここで、HIREC1450 とは、スプレー塗布により凹凸とフッ素膜を成膜可能な撥水剤である。支持脚の深さの増加とともに支持力は増加し、最大値に達するとわずかに減少する。最後に支持脚が水面を破り水没する。このとき支持力はほぼゼロになる。水没後、支持脚を水面に引き上げていくと水面付近で試験脚の端から水面が別れ支持力が発生する。このとき、支持脚の直径が小さく、接触角が大きい試験脚であるほど沈み込ませるとき支持力の曲線に重なる。逆に、支持脚の直径が大きい場合は支持力の曲線に重ならない。これは、支持脚を沈み込ませるとき接触境界面の水面の傾きは前進角を取り、引き上げるときに水面の傾きは後退角を取るため直径が大きい方が影響を受けるためである。引き離し力は Fig. 11 の中で負の力として示されている。支持脚の水面からの高さの増加とともに引き離し力は増加する。最大引き離し力は接触角が増加するとともに減少する。支持脚の直径と接触角をもとに理論計算された支持力と引き離し力 Fig. 6 と実験結果 Fig. 11 は、よく一致している。ただし、最大引き離し力は、Fig. 5 (b)の状態になる前に水面から支持脚が離れるため、実験値は理論計算よりも小さい値となった。Fig. 6 の理論予測は、実験によって検証された。

Table 1 Diameter and contact angle of the legs

Material	Diameter [mm]	Contact angle [deg]
PDMS	2.5	117
SU-8	1.1	128
Aluminum	1.4	123
Brass	1.0	123
Hirec 1450	0.5	138

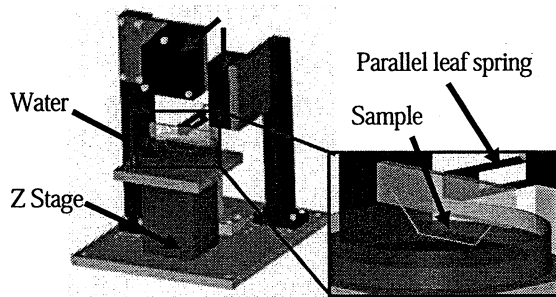


Fig. 9 Experimental setup

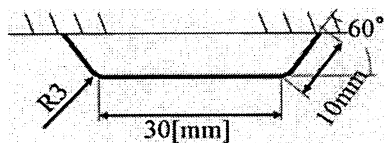


Fig. 10 Specimen's geometry

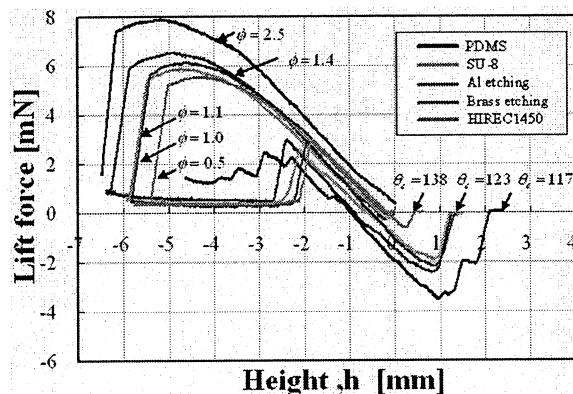


Fig. 11 Experimental Results

## 6. 水面移動ロボット

微小運動機構では、アクチュエータの駆動力を効率よく利用し動力の伝達を単純化することが重要である。本研究の水面移動ロボットでは、本体の振動による支持脚の共振を利用して推進力を得ることとした。振動を発生するアクチュエータとしては偏心質量を持つDCモータを用いた。この振動モータは圧電素子などに比べ低電圧で駆動が可能であり容易に振動の利用が出来る。振動モータはPIC (Peripheral Interface Controller) を用いて回転数をPWM制御 (Pulse Width Modulation) することで振動数を制御する。振動モータを用いた水面移動ロボットを Fig. 12 に示す。振動モータと、3.7Vのリチウムポリマー電池を搭載し、自立的に水面を移動する。質量は7.85gであり、12本の支持脚で表面張力により浮上する。支持脚は振動による凹凸面の剥離が起

ることがないように真鍮をエッチングしたφ0.5mmの支持脚を用いた。振動モータの偏心質量の回転に同期して、脚は円軌道を取りながら運動し、Fig. 13に示すように二次モードで共振する。

空気中で支持脚が振動する様子を Fig. 14 に示す。水面上では、水の付加質量が加わるため空中に比べ支持脚の共振振動数は減少する。共振現象の利用により支持脚は大きな変位を得ることが可能になり、脚が水面を蹴ることで移動する。水面移動ロボットの1周期での移動量はごくわずかであるが振動を利用することで、大きな移動量を出すことが出来る。

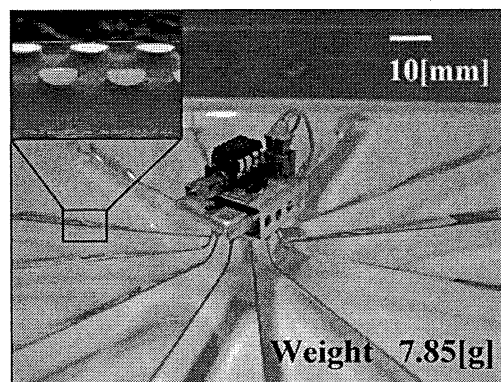


Fig. 12 Water strider robot with a vibration motor

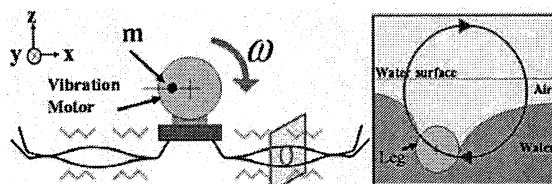


Fig. 13 Rotational vibration of the supporting legs

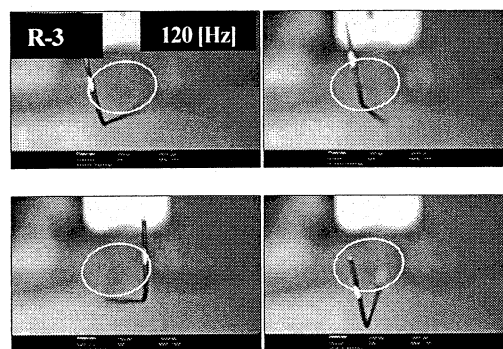


Fig. 14 Vibration of the supporting leg in air

また、支持脚の長さを変えることで固有振動数は変化し、振動により共振する支持脚が変わる。このように駆動する支持脚を変化させることで、1つのモータで並進移動や左右の旋回移動を行うことが可

能になる。振動モータの出力可能な振動数の範囲内で脚が固有振動数を持つように支持脚の長さの設計を行った。水面移動ロボットの支持脚の構成を Fig. 15 に、支持脚の長さ、水面上での共振周波数と PWM 制御のデューティ比を Table 2 に示す。実際の自然環境に近い屋外のプールで水面移動実験を行った。実験の結果、風や波などの外乱が加わっても水面を破ることなく水面上に浮上し、モータの回転数の制御により直進と左右の旋回移動を行うことが可能であった。実際の実験の様子を Fig. 16 に示す。移動速度は並進移動が約 70[mm/s]で旋回移動は約 50[mm/s]である。右旋回移動時の旋回半径は、約 800[mm]、左旋回移動時の旋回半径は約 700[mm]であった。旋回時には旋回移動用の 2 本の支持脚が大きく振動するが、他の支持脚も振動するため、旋回半径が大きくなる。また、左右の旋回半径が異なるのは、右旋回移動で使用する支持脚に比べ左旋回移動で使用する支持脚の方が 10 mm 長いためと考えられる。

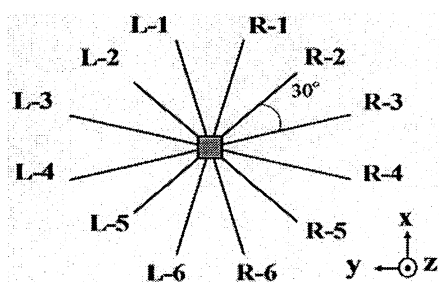


Fig. 15 Design of supporting legs

Table 2 Lengths and resonant frequencies of the legs

Leg No.	Role	Length	Resonant frequency	Duty cycle of input pulse
L-1,6 R-1,6	Support	85mm	—	—
L-3,4 R-3,4	Straight motion	95mm	109Hz	32%
L-2,5	Right turn	80mm	115Hz	34%
R2-5	Left turn	70mm	132Hz	39%

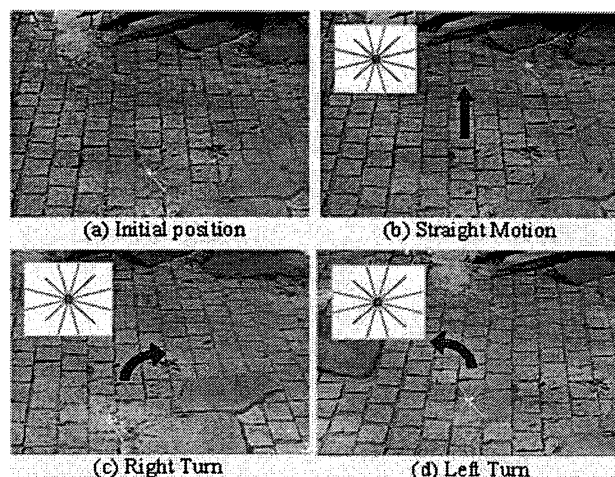


Fig. 16 Locomotion on the water surface

## 8. 結言

- 1) 半導体製造技術により 3 つの方法で円筒面に凹凸を持つ撥水性の支持脚の開発に成功した。
- 2) 理論計算と実験より支持力は接触角にほとんど依存しないが引き離し力は接触角に依存し、最大支持力は脚の直径による浮力により増加することを検証した。
- 3) マイクロ表面加工による凹凸面を有する支持脚を用いて、電源と振動モータを搭載した自立型水面移動ロボットを開発した。脚の共振を利用して 1 つのモータにより並進移動と左右の旋回移動を実現した。

## 文 献

- (1) Xuefeng Gao and Lei Jiang, "Water-repellent legs of water strider," Nature, Vol. 432, 4 November 2004, p.36.
- (2) 飯沼啓輔, 藤井壮宇, 中村太郎, "アメンボを規範とした水陸両用型移動ロボットの開発," Proc. 2007 JSME Conference on Robotics and Mechatronics, Akita, May 10-12, 2007, 1P1-C05.
- (3) D. L. Hu, B. Khan and J. W. M. Bush, "The hydrodynamics of water strider locomotion," Nature, Vol.424, 7 August 2003, pp.663-666.
- (4) Y. S. Song, S. H. Suhr and M. Sitti, "Modeling of the Supporting Legs for Designing Biomimetic Water Strider Robots," in Proc. IEEE Int. Conf. on Robotics and Automation, Orlando, 2006, pp.2303-2310.
- (5) Y. S. Song, Metin Sitti, "Surface-Tension-Driven Biologically Inspired Water Strider Robots: Theory and Experiments," IEEE Trans. on Robotics, Vol. 23, No. 3 2007, pp.578-589.
- (6) Y. S. Song and M. Sitti, "STRIDE: A Highly Maneuverable and Non-Tethered Water Strider



Robot," in Proc. of IEEE Int. Conf. on Robotics and Automation, Roma, 2007, pp.980-984

- (7) R. B. Suter and H. Wildman, "Locomotion on the Water Surface: Propulsive Mechanisms of the Fisher Spider DOLOMES TRITON," J. Experimental Biology, Vol. 200, 1997, pp. 2523-2538.

## 第6章 マイクロ・バイオメカニクス



## 6.1. マイクロ・バイオメカニクスの概要

藤江 裕道

### 1. はじめに

バイオメカニクスは、生体の要素とシステムの構成(構造)を明らかにし、生体内でそれらが主として力学的に果たす役割(機能)を解明することを目的とする研究領域である。生体の構造を正常に保ち、機能の低下予防や強化をはかることにも寄与するため、工学分野だけではなく、生命科学分野においても重要な研究領域となっている。

生体は要素であれ、システムであれ、力学的作用の影響を受け、それが一次的な要因として生体構造や機能を決定づけている。たとえば骨は地上では重力の影響を受けることでカルシウム濃度を調整して自己を最適化し、強度を維持している。あるいは血管は、血圧、血流にตอบสนองして血管壁の内径と厚さを調整し、その応力を比較的一定に保っている。このように生体は力学的な作用に対し、自己の構造を変化させ、機能を保とうとする性質(リモデリング)を有しており、材料工学分野で夢の材料とされる「スマートマテリアル」を実現している。その結果、メンテナンスをさほどせずとも、数十年にわたり良好に機能するのである。

これまでに、生体組織におけるリモデリングのメカニズムについて多くの研究者が挑み、マクロな器官、組織に関しては現象が解明されてきた。しかし、そのメカニズムについては、未だ不明の点が多い。生体組織を構成する要素は不均質であるから、たとえリモデリングの現象がつかめたとしても、メカニズムの源は微小な構成要素のレベルで起こっているため、解析が困難になるのである。

リモデリングのような生命現象のメカニズムに立ち入って解析を進めようとする、よりミクロな領域での検討が必要となる。機械工学やバイオメカニクスがこのことにチャレンジする場合、従来の機械工学的手法では、スケールがマクロすぎるため、表面的な検討で終わってしまう。細胞や生体線維、生体分子などと同等のミクロスケール、場合によってはナノスケールでの最先端研究を行うことが要求されるのである。このことを実現するもっとも有効な方法は、機械工学分野において近年目覚ましい進歩を遂げているマイクロ・ナノ研究領域の技術を導入することである。MEMS やマイクロマシン、ナノマシンの創成を可能にした本技術を用いることで、生体構造や機能の詳細な検討や、リモデリングなどの機能発現のメカニズムについて解明を行うことが可能になる。

本章の本節ではバイオメカニクスにおけるマイクロ領域の研究についての状況を概論し、次節以降にSMBC において得られたマイクロ・バイオメカニクスに関する研究成果について記述した。

### 2. バイオマテリアル

材料科学の領域では、元々、材料を構成する要素に近いレベルでの検討が行われており、マイクロ・ナノレベルの研究が展開されてきた。バイオに係わる材料科学一般は「バイオマテリアル」と呼ばれ、マイクロ・ナノレベルでの材料の検討が当然のごとく行われてきた。それに加え、バイオマテリアルでは、材料が接触する生体組織構成要素とのインターアクションが重要なため、細胞レベル、あるいは生体分子レベルでの検討が行われている。

バイオマテリアルが生体内環境にあるとき、その材料が生体に対して無害であるかどうかが最初の大きな問題となる。生命は、何十億年という長い進化の歴史の中で、自己とその他を見極める免疫システムを完成させ、ウイルスや細菌などから自己を防御する機能を獲得した。しかし、その長い生命の歴史の中で、金属、セラミクス、高分子材料などのバイオマテリアルやその摩耗粉が生体内に進入することは、少なくとも近代医学が発展するまでは起こり得なかったことであり、そのような想定外の異物が体内に入り込んだ場合、免疫システムが正常に機能するかどうかについては何の保障もない。一般的に生体内に異物が侵入すると、直径  $10\ \mu\text{m}$  程度の大きさのマクロファージという免疫系の細胞が最初に現れ、異物を食食(破壊・吸収)しようとする<sup>1)</sup>。マクロファージが食食しきれない場合は巨細胞というマクロファージより大型の免疫系細胞が現れ、より強力に食食が行われる。バイオマテリアルを使用する側にとって最もありがたいのは、材料がマクロファージや巨細胞などの免疫系細胞に認識されず、半永久的に生体内に存在できる状態であるが、そのような理想的状態は一部のバルク材ではありえても、その材料が摩耗粉などの微細な形態になった途端に免疫系細胞の格好の標的と化してしまう。したがって、バイオマテリアルが具備すべき現実的な特性は、摩耗粉などの微細形態の材料がマクロファージにうまく食食されるかどうか、ということになる。そこで、培養中のマクロファージに様々なバイオマテリアルの粉状試験片や摩耗粉などを接触させ、マクロファ

ージの活性度等について検討されている2). マクロファージが死ぬと乳酸脱水素酵素を放出するので、この量を測定することで活性度を定量することが可能である3).

ステンレス鋼は骨折固定具として古くからの使用実績がある。しかし、1960年代から軌道に乗り出した人工関節においては大きな問題が表面化した。人工関節は骨折固定具よりも生体内での使用期間が長く、使用条件も厳しいため、摩耗によりステンレス鋼自体が損傷、劣化し、生体にも悪影響がおよぶ症例があらわれたのである。新たなバイオマテリアルとしてコバルトクロム合金やチタン合金、あるいはアルミナセラミックスなどが現れ、ステンレスに代わって使用されるようになったが、この問題は完全には解決されていない。一方、人工関節で金属やセラミックスの相手材としてポリエチレンが使用されることが多い。このポリエチレンの摩耗が大きな問題となっている4)。金属やセラミックスなどの硬い材料を相手材として、非常に軟らかいポリエチレンが摩擦されれば、摩耗の多くはポリエチレン側で起こる。バルク材では生体親和性が良く、無害なポリエチレンであるが、摩耗粉になると生体に対してさまざまな悪影響をおよぼすようになる。

仮に、バイオマテリアルが生体に対して無害であったとしても、材料そのものが生体内で劣化し、機能できなくなってしまう意味がない。Morita, Sasadaらはステンレス鋼、コバルトクロム合金、チタン合金などの疲労試験を実験動物の体内で行うと、空気中や生理食塩水中での試験とは異なる結果になることを見出した。特にステンレスの場合の差は大きく、生体内で繰り返し荷重をあたえるとS-N曲線が右下がりになり、疲労限界がなくなることを突き止めた。つまり、生体内という環境により疲労が促進されることが明らかになった。当初は細胞などの生体因子が疲労特性に影響を及ぼすという議論もあったが、その後の詳細な検討で、生体内における低酸素状態が材料の表面酸化膜の生成を遅らせ、疲労進行速度を増大させることが分かった。

### 3. 生体計測

複雑なメカニズムを有して機能する生体について、これまでに多くの科学者が興味を示し、研究対象としてきた。そして、それらの研究において様々なレベルの生体計測が行われてきた。たとえばガリレオは脈拍の計測を行っている。ポアズイコは医学生時代に血管内の血流、血圧に興味を抱いて計測を行い、ポアズイコの法則を導いた。これらはマクロレベルにおける生体計測の走りと言えよう。その後、様々な生体の個体、器官、組織を対象としたマクロレベルの生体計測が行われた。

近年の医学の発展は観察や解析の目をよりマイクロ領域に向けつつある。遺伝子や細胞機能の検討などはマイクロレベルで行われる。どのような生体反応も細胞レベルや生体分子レベルで起こっている以上、それに関する計測もマイクロレベルで行わざるを得ない。バイオメカニクスの領域でもマイクロ領域での生体計測が行われるようになってきた。

たとえば骨の力学試験においても、かつては骨をまるごと対象として曲げ試験などが行われたが、近年では骨内部に存在する直径数100 $\mu\text{m}$ 、長さ数mm程度の細い海綿骨を計測試料として、曲げ試験が行われるようにまでなった6)。骨全体の力学挙動を精密に有限要素解析するためには、海綿骨の物性値が必要となるためである。また、海綿骨は他の生体組織と同様に、力学的な作用を受けて形態をリモデリングし、機能適応しようとする。その現象の解明のためにも、海綿骨一本の物性が必要になるのである。

細胞バイオメカニクスの分野では、直径数 $\mu\text{m}$ ～数10 $\mu\text{m}$ 程度の大きさの細胞ひとつを対象として力学特性が調べられるようになった。細胞は大まかには細胞核や細胞自身が産生した細胞外マトリックスを細胞膜が覆う構造となっているが、その細胞膜の力学試験がいくつかの方法により行われている。細胞内に強磁性体の金属片を挿入し、磁場をかけたときの細胞の変形を計測したり7)、細胞膜表面にピペットを押し当て、陰圧をかけることで細胞膜をピペット内に吸引して変形挙動を求める方法8)などがある。さらには、細胞内に存在する細胞骨格の力学試験を行う試みもなされている。

軟組織バイオメカニクスにおいては、コラーゲン線維からなる靭帯や腱などの軟組織の引張試験が行われてきた。靭帯は骨と骨を連結して関節の動きを拘束する組織であるが、スポーツや交通事故などで断裂することが少なくない。膝の前十字靭帯などが断裂すると、治療しにくいので、膝の裏側の腱などを移植して治療する靭帯再建手術が行われることが多い。よりよい靭帯再建術を行うために元々の靭帯や、移植材料である腱の引張特性が必要になるのである。ところが近年では、靭帯や腱を構成する微細組織の力学特性にも興味もたれている。これらの組織をマクロレベルからマイクロレベルに眺めていくと、「腱(靭帯)―線維束―線維―細線維―コラーゲン」というような階層構造により成り立っていることが分かる9)。そして、数100 $\mu\text{m}$ レベルの線維束や、数 $\mu\text{m}$ レベルの線維に対して引張試験が行われており、いくつかの興味ある結果が得られている。たとえば、マクロレベルの腱そのものは、ひずみが増大するに連れて弾性係数が高まる非線形な引張力学特性を示す。運動初動時には柔らかく、高荷重になるにつれて剛性が増して運動を制限するという目

的にかなった特性である。しかし、腱の微細構成要素である線維束の引張力学特性はいたって線形的なのである 10)。線維束を複合化して腱組織を構成する段階で非線形性が出現するのである。腱や靭帯には自然状態で緩んだクリンプ構造と呼ばれる部分が存在するが、このクリンプ構造が引張りにより徐々に伸ばされ、引張に抗する線維の数が増えるために非線形性が表れると解釈されている。

昆虫などの微小な生物の機能を計測することも行われている。本研究プロジェクトの初代プロジェクト代表である三浦は、ゴキブリやコオロギなどの昆虫を規範とするマイクロ・スマートロボットの概念を創出し、開発を行った 11)。マイクロスケールのロボットの登場はしばらく先になるだろうが、数 mm～数 cm スケールのロボットが、制作方法も含め、数多く開発されている。ロボット工学が発展するなかで、昆虫規範という新しい考え方と研究・開発の方向性を示した点は特筆に価する。その研究の前段階として、規範とする昆虫の運動機能や特性などが計測されている。

#### 4. 細胞のバイオメカニクス

細胞を意味する英語、Cell は、フックの法則で知られる Robert Hooke が命名した言葉である。生物の観察と力学で業績を残した Hooke が命名した Cell に対して、今日、多くの研究者が観察を行い、その力学特性に関心を示し、さまざまな方法で計測を試みようとしている現状をみると、不思議な因縁を感じずにはいられない。

細胞は、生命体を構成する最も重要な単位であり、その活動は生命活動そのものと言っても過言ではない。力学が重要となる細胞は山ほどある。

筋細胞は直径 20～150  $\mu\text{m}$ 、長さ数 mm の細長い細胞で、部位によっては長さが数 10 cm に及ぶこともある 12)。力を発揮、伝達するのが筋であるから、その構成要素である筋細胞の力学特性を調べることは、生理学的に、またバイオメカニクスの観点からもきわめて重要である。顕微鏡観察では線維状に見えることから、筋細胞を筋線維と呼んでいる。筋線維の内部には長軸方向に連結した長さ数  $\mu\text{m}$  の円筒状の構造が多数詰まっており、筋原線維と呼ばれている。太いフィラメントである分子量 50 万のミオシンと、細いフィラメントである分子量 4 万 2 千のアクチンが規則正しく一定周期で配列しており、筋の収縮はこれらアクチンとミオシンの滑りにより起こると推測される 12)。一定長さの線維が規則的に配列しているため、一定周期の横紋が観察され、横紋間の一節を筋節と呼んでいる。全長数 10 cm の筋肉は数万の筋節で構成されるが、各筋節が 0.5  $\mu\text{m}$  程度ずつ短縮することで、筋原線維全体は数 cm 短縮す

る。筋節構造は、毎秒数  $\mu\text{m}$  のタンパク質分子の運動速度を、毎秒数 10 cm の筋肉短縮速度に変換しているアクチュエータである。また、筋力は筋長さによって変化するが、きわめて高出力である。ヒトの場合、 $5\text{-}6 \times 10^5 \text{ N/m}^2$  程度まで発揮することが可能である 12)。工業上のアクチュエータで筋肉のようにコンパクトで高出力なものは存在しない。

骨は完全に再生することの可能な生体組織である。他の組織、たとえば皮膚などは少し深い切り傷をつくると癒痕組織化して、完全に元どおりにはならない。ところが、骨のみは、たとえ損傷が大きくとも、時間がたてば必ず元どおりになることができる。これは骨に存在する細胞によっている。簡単に説明すると、骨内には骨を破壊吸収する破骨細胞 (osteoclast) と骨を生成する骨芽細胞 (osteoblast) が共存していて、これらの細胞が共同作業を行うことで骨組織の完全再生が達成されるのである。骨の再生についてはさまざまな道筋があるが、もっとも面白い道筋を紹介しよう。それは、破骨細胞と骨芽細胞がユニット化された BMU (Bone Multicellular Unit) と呼ばれる複合体による作業である。BMU は数 100  $\mu\text{m}$  の直径で、尖った先端周囲に破骨細胞を有し、後方周囲には骨芽細胞が配置されている 13)。そして、サンダーバードのジェットモグラ (地面を高速に掘ることのできる乗り物。サンダーバード 2 号のタンク内に格納されている) のように破骨細胞が骨を破壊吸収しながら骨内を一日数 10  $\mu\text{m}$  の速度で進み、後方の骨芽細胞が新しい骨を生成していくのである。BMU は骨内に無数に存在し、おおむね骨の軸方向に突き進みながら骨の破壊吸収と生成を行っている。BMU が通過した痕には直径数  $\mu\text{m}$  の孔 (ハバース管) が残るが、これが互いに連結され、骨内に栄養を補給するための血管となる。成人の場合でも、一本の骨は BMU の活動により 2 年程度ですべて新しい骨に置き換わる。骨がメンテナンスをしなくとも人生の長きに渡って機能し、また、たとえ傷ついたとしても元どおりになる理由がこれである。一説によれば、過大な応力が生じた骨内部にはマイクロクラックが生じるが、そこに BMU が集結し、丈夫な骨を多量に作るため、その部分は次第に強度が高まっていくという 14)。我々は、適度な運動を行うと骨が強くて太くなることを経験的に知っているが、そのメカニズムに BMU は深く関わっている。機械内部に BMU のような複合体を含有させ、たとえクラックが生じても、それが小さいうちに修繕してくれるようなことが可能になれば、どれだけすばらしいか? スマートマテリアルの名の下に、そのような自己修復機能を有する材料の開発がかつて行われたが、我々の技術や英知は骨組織の足元にも及ばなかった。

血液内の主な細胞は赤血球と白血球である。赤血球はヘモグロビンを薄い膜で包んだ構造をしており、酸素と二酸化炭素を運搬するための、機能特化した細胞である。ヘモグロビンだけでは粘度が高すぎて、末梢まで到達できないため、脂質二重層と呼ばれる薄皮2枚でヘモグロビンを包み込んでいる。直径は10  $\mu\text{m}$  弱で、バイコンケーブと呼ばれる、円盤状で中心が凹んだ形状となっている。ところが、これが流れのなかに入るとラグビーボール状に変形し、ヘモグロビンと脂質二重層が別々の動きをする(タンクトレッドモーション) 15)。そのとき脂質二重層は球形ではないので伸び縮みを繰り返すため、時間がたつと疲労により破壊されてしまう。赤血球の寿命が200日程度であるのはこのためである。赤血球が血管内を流れていく様子は、川の流れに小さなラグビーボールが流されるようなイメージを描きがちだが、必ずしもそうではない。ヘモグロビンがガス交換を行う末端では赤血球は毛細血管内を通過する。毛細血管の直径は5  $\mu\text{m}$  程度であるから、赤血球よりはるかに小さい。流れというよりも、管に詰まった軟質の物体を無理やり押し込んで、摩擦させながら通過させており、流体力学的な解析は通用しない。血管と赤血球の接触面積が増えるので、ガス交換の効率を高めるためには好都合である。

近年、幹細胞が大きく取り上げられている。幹細胞とは、自分自身のコピーを無数に作ること(増殖)ができ、かつ、他の細胞に変身すること(分化)も可能な細胞のことを指す。胎児の場合は細胞10000個に1個程度の割合で幹細胞が含まれているが、成人の場合はその100分の1程度で、ごく希少な細胞である。加齢とともに怪我が治りにくくなるのはこのためである。受精後の胚から得られる幹細胞は胚性幹細胞と呼ばれ、万能な幹細胞であるが、生命倫理上の問題があるため扱えない。京都大学の山中からは皮膚細胞から胚性幹細胞に近い幹細胞を作り出す技術を開発し、着目されている 16)。しかし、その生成過程で癌化の危険がある運搬用物質(ベクター)を使用している点が、臨床応用に向けての大きな障壁となっている。先に記述したように、体細胞にも体性幹細胞と呼ばれる幹細胞が含まれており、これを用いて幹細胞を増やす方法についても検討されている。

様々な方法で得られた幹細胞は、適当な骨組み材(スキャフォールド)に組み込まれて培養され、治療すべき組織、器官の形態と機能にある程度近づけた構造体(コンストラクト)に成長させた後に、患部に移植される。その研究領域は一般に組織再生工学と呼ばれている。さまざまな方法が研究途上にあるが、研究者の一致した見解は、構造体に成長させる段階で、幹細胞に薬剤を与えるだけでは不完全で、

再生させるべき組織や器官が生体内で受けている力などを再現して与えると再生効率が上がるということである。たとえば骨再生用の構造体を作るなら幹細胞を圧縮し、靭帯再生用の構造体を作るなら引張をあたえると、それぞれの組織に近づく、という具合である。力学的な作用が幹細胞の分化の方向を決定付けるということ、大変興味深い。機械工学の一分野であるバイオメカニクスが幹細胞研究に積極的に係わるべき理由がそこにある。

## 5. 循環器系のバイオメカニクス

心臓や血管などからなる循環器系は、酸素や栄養物などを血液に乗せて体内にめぐらせ、二酸化炭素や不要物を回収する、文字どおり動脈、静脈の役割を果たしている。

血管は外膜、中膜、内膜の3層構造からなる。力学的特性は中膜に支配されるが、血管のリモデリングは内膜表面の内皮細胞の働きによっている。内皮細胞は血液と接触しているため、常にせん断応力が作用している。神谷らは体内のさまざまな血管の流量  $f$  と内径  $d$  の関係を調べたところ、 $f/d^3$  が一定であることを見出した 17)。理想的な管内流れはポアズイユの法則で記述され、壁のせん断勾配は  $f/d^3$  に比例する。そこで、彼らは「血管は壁せん断応力を一定に保つように内径を変化させてリモデリングする」という仮説を立てた。この仮説は多くの血管で成り立つことが確かめられている。内膜表面に配列した血管内皮細胞がせん断力に対するセンサーの役割を果たしていると考えられている。

血液内の悪玉コレステロール(LDL)が多くなると、動脈硬化が起こりやすくなる。悪玉コレステロールが血管内皮を覆うと血管内皮細胞が損傷され、単球という免疫系の細胞が内皮細胞に付着する。単球が内膜に進入して貪食作用を有するマクロファージに変化し、酸化作用のある有害な脂肪成分を取り込むと、膨れ上がって泡沫細胞となり、時間の経過とともに次第に粥状物質(アテロームプラーク)となる。また酸化された脂肪物質がもたしているいろいろな増殖因子が内皮から分泌され、中膜の血管平滑筋が遊走・増殖したり、細胞間を埋めるコラーゲンなどが増えて、全体として内膜が厚く、硬くなりアテローム(粥状)硬化性プラークとなる。この現象は、形成されたアテロームプラークにより血液流れの速度が低下すると益々加速する。悪玉物質の洗い流しができなくなるためだと理解されている 18)。

心臓に血液を送る冠動脈は動脈硬化の好発部位である。この血管の血液運搬が支障をきたすと心臓そのものが弱り、機能不全に陥るため、その治療は臨床上きわめて重要である。軽度の動脈硬化の場合は大腿動脈など、太い血管からカテーテルを挿入し、

透視画像をもとに冠動脈の動脈硬化部位まで進入させる。カテーテル先端には動脈を半径方向に膨らませることの可能なバルーンが装着されており、これにより物理的に血管を押し広げる。これで利かない場合はステント付きのカテーテルにより治療を行う。バルーンの場合と同じようにステント付きのカテーテルを患部まで進入させ、ステントをカテーテルから離し、展開して血管を押し広げる。ステンレス鋼、あるいは形状記憶合金などを材料として、様々な機構のステントが開発されている。

心臓は拳ほどの大きさで、生涯休むことの許されないポンプである。2つの心房と2つの心室からなり、心房と心室の間には逆流を防ぐ弁が存在する。両生類などは心房と心室の構造上の問題のため動脈血と静脈血が混ざる場合がある。哺乳類の場合はそのようなことは起こらないが、弁膜症になると、弁の機能が不全になり、血液の流れが淀む。心臓機能が立ち行かなくなれば心臓移植か人工心臓置換が行われる。バイオメカニクスでは人工心臓がトピックスとなる。心臓全体の機能を代替する完全置換型人工心臓と、左心室機能のみを代替する補助人工心臓がある。駆動源にはさまざまなポンプが使用されるが、ロータリーポンプが用いられることも多い。ロータリーであるから機器への負担が小さく、血液に対する影響も小さいのが利点であるが、定常流のため脈がなくなってしまうわけで、美人を見たときも、黒板で常識的な漢字を忘れた場合も、いいか悪いかは別にして、“ドキドキ”せずにいられる。前述の毛細血管内の赤血球通過が困難になると予想されるが、動物実験レベルでは問題が指摘されていない。

## 6. 次節以降の紹介

工学院大学における SMBC プロジェクトにおいて、プロジェクト開始時よりバイオ関連の研究テーマが含まれていた。本章ではそれらのなかから特に研究成果として有用なものをピックアップし、まとめた。「6.2 バイオマテリアルの細胞毒性」では、バイオマテリアルのマイクロスケールにおける細胞への影響解明を行った。「6.3 ミミズのマイクロトライボロジー」では環形動物の表面に存在する剛毛と粘液に着目し、構造観察と機能解析をトライボロジーの側面から検討した。「6.4 幹細胞バイオメカニクス」では、近年関心の高まっている幹細胞の生成において、マイクロファブリケーション技術を導入することで画期的な組織再生用材料が生成できることを示す。「6.5 循環器系バイオメカニクス」では、血管のリモデリングに関する有用な実験ツールである疑似血管の生成と、その有効性について記す。いずれも途上の研究ではあるが、「バイオ+マイクロ(ナノ)」の2つの最先端キーワードを含有する研究領

域に関する検討であり、大いなる発展性を秘めている。

## 文 献

- 1) 高橋, 内藤, 竹屋, 生命を支えるマクロファージ, 文光堂, 2001
- 2) 徳永, 吉田, 赤川, マクロファージ実験マニュアル, 講談社, 1992
- 3) Wroblewski F, and La Due JS, Lactic dehydrogenase activity in blood, Proceedings of the Society for Experimental Biology and Medicine, 1955, Vol.90, 210-213.
- 4) Donald W, Howie DW, et al., The synovial response to intraarticular injection in rats of polyethylene wear particles, Clinical Orthopaedics and Related Research, 1993, Vol.292, 352-357.
- 5) Morita, Sasada, et al., The corrosion fatigue properties of surgical implants in a living body, Journal of Biomedical Materials Research, 1988, Vol.22(6), 529-540.
- 6) 安達, 神戸大学工学部機械工学科個体力学研究室ホームページ (<http://solid.mech.kobe-u.ac.jp/>)
- 7) Click FHC, The physical properties of cytoplasm, A study by means of magnetic particle method II, Theoretical treatment, Experimental Cell Research, 1950, Vol.1, 505-533.
- 8) Hiramoto Y, Methods on cell biology, 1986, Vol.27(25), 435-442.
- 9) Kastelic J et al., The multicomposite ultrastructure of tendon, Connective Tissue Research, 1978, Vol.6, 11-23.
- 10) Yamamoto E, Hayashi K, et al., Mechanical properties of collagen fascicle from the rabbit patellar tendon, Journal of Biomechanical Engineering (ASME), 1999, Vol.121, 124-131.
- 11) 三浦, 昆虫規範型マイクロロボット, 日本ロボット学会誌, 2003, Vol.21(3), 12-14.
- 12) 柳田, 兒玉, 筋肉の力学的性質, 細胞のバイオメカニクス (平本著, 日本機械学会編集), 1990
- 13) Oguro I, and Ozawa H, The histochemicalization of acid phosphatase activity in BMU.JBone Miner Metab 1988, Vol.6, 190-195.
- 14) Burr DB, Martin RB, et al., Bone remodeling in response to in vivo fatigue microdamage, Journal of Biomechanics, 1985, Vol.18, 189-200.
- 15) Fischer TM, Schmid-Schnbein H, et al., The red cell as



a fluid droplet: Tnak tread-like motion of the human erythrocyte membrane in shear flow, *Science*, 1978, Vol.202, 894-896.

- 16) Takahashi K, Yamanaka S, Induction of pluripotent stem cells from mouse embryonic and adult fibroblast cultures by defined factors, *Cell*, 2006, Vol. 126, 663-676.
- 17) Kamiya A, Togawa T, Adaptive regulation of wall shear stress to flow change in the canine carotid artery, *American Journal of Physiology*, 1980, Vol.239, H14-H21
- 18) Caro CG, Schroter RC et al., Atheroma and arterial wall shear – Observation, correlation and proposal of a shear dependent mass transfer mechanism for atherogenesis, *Proceedings of Royal Society of London (Biology)*, 1971, Vol.177, 109-159.

## 6.2. バイオマテリアルの細胞毒性

木村雄二, 森田真史, 藤江裕道

### 1. 緒言

生体関節はヒトや動物が運動を円滑に行うための重要な器官である。なかでも股関節、膝関節、足関節は荷重関節と呼ばれ、体重の数倍の荷重下で数十年にもわたって機能する重要な器官である。これらの器官に損傷などが生じ、機能回復が望めない場合の治療法のひとつに人工関節置換術がある。人工関節は適度な強度と優れた潤滑性能をもたせるために、金属材料と高分子材料の組み合わせにより構成されることが多い。人工股関節が軌道に乗り出した1960年代はステンレスと高密度ポリエチレンが使用されていたが、近年では金属としてコバルトクロム合金やチタン合金、高分子材料として超高分子量ポリエチレン(UHMWPE)が用いられている。これらの材料と製造法の進歩には目を見張るものがあるが、人工関節の摺動部分や骨との固定部分で起こるくりかえし摩擦により、人工関節が摩耗するという大きな問題は解決されていない。また、金属材料の場合は摩耗により摩耗粉が放出されるだけでなく、摩耗粉から、あるいは摩耗された母材金属から金属イオンが溶出し、人体に悪影響を与える危険性も指摘されている。そこで本研究では、現在使われている生体代替用金属材料およびUHMWPEを対象とし、摩耗粉あるいは摩耗粉を模擬した粉末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。また金属材料の場合は溶出イオンの細胞毒性についても検討した。

### 2. 金属材料の細胞毒性

#### 2.1 実験方法

本研究では、ヒト由来マクロファージ(以下MΦ)を用い、細胞毒性を評価した<sup>14)</sup>。MΦは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、 $5.0 \times 10^5$  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%CO<sub>2</sub>の環境下のインキュベータ内で48時間実験を行った。

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 μm以下のものを使用した。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。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

3種類とした。

細胞膜が破壊されることによって、細胞内に存在する乳酸脱水素酵素(LDH)が、細胞外部へ遊離した量を測定することにより細胞膜の損傷度を求め、この値を細胞毒性の指標とした。

#### 2.2 結果

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をFig.1に示す。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。溶液中ではTiO<sub>2</sub>の不動態皮膜形成によりチタンイオンを溶出しにくい純チタン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の貪食によって純チタン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。

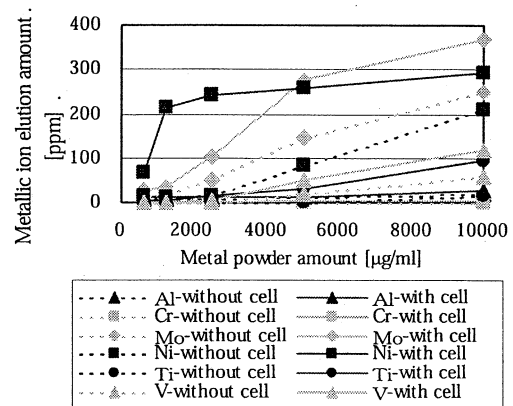


Fig.1 Metallic ion elution with and without cell measured by ICP

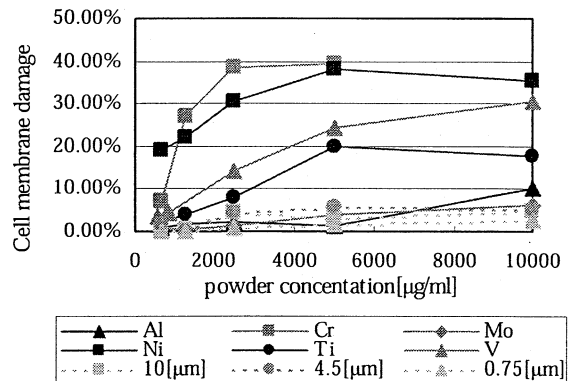


Fig.2 Influence of metallic powder and fluori bead upon cell toxicity

各供試材料のLDH測定による細胞毒性をFig.2に示す。なお、Fig.2の縦軸は金属イオンが存在しない状態でのLDH量を基準とし、金属イオン存在下でのLDH量の増加分を100分率で示しており、数値が高ければ毒性が高いことを表している。Fig.2から、ニッケルの細胞毒性が特に強いことが分かった。また、溶出イオンが発生しない蛍光ビーズ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。

### 2.3 考察

MΦの貪食によって純チタンの溶出イオンがほかの金属粉末に比べて大幅に増加すること、および細胞毒性が高まることが分かった。これは、粉末状の純チタンが溶出しやすく、チタンイオンの細胞毒性が他の金属イオンに比べ強いことによるものだと考えられる。逆に、溶出イオン量が多かったモリブデンにおいては細胞膜損傷度が低かった。このことからモリブデンイオンの細胞毒性が弱いことが推察される。金属イオンを溶出しない蛍光ビーズ場合、細胞膜損傷度が低いことから、金属粉末による細胞毒性は物理的刺激よりも溶出金属イオンによる電気化学的刺激が大きな影響をおよぼしていることが示唆された。

## 3. 高分子材料の細胞毒性

### 3.1 実験方法

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のゴールドスタンダードとなっている。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をマイクロバリ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特性の影響が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<sup>1,3)</sup>。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。

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(成型加工体に含まれるCa量:60-70ppm)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<sup>5,6)</sup>。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。UHMWPE成型体を直径10mmのピンおよび直径50mmのディスクに加工し、表面粗さを0.15μmに調整した。その後、ピンオンディスク型摩擦摩耗試験機を用い、それぞれ同じ材料同士を速度20mm/s、荷重74N(約1MPa)にて、リン酸緩衝液(PBS-)中で48時間摩擦させた。比摩耗量を算出し、摩耗粉の粒度分布を計測した。

ついで粉末合成培地(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。シャーレに摩耗粉を3mg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(Fig.3)。これをフリップ培養法と命名した。培養液の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。

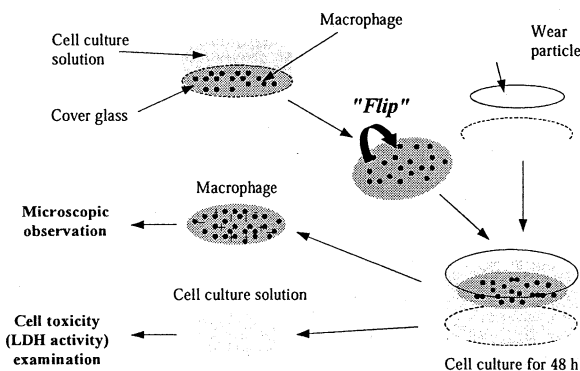


Fig.3 Contact of UHMWPE wear particle with macrophages (flip cell culture)

### 3.2 結果

リン酸緩衝液中におけるUHMWPE同士の摩擦における比摩耗量は $2.5 \sim 3.1 \times 10^{-7} \text{ mm}^2/\text{N}$ の範囲にあった。摩耗粉の形態はいずれの場合も同様で、幅が数100μm以上の大きな摩耗粉もみとめられたが、30μm以下の小さな摩耗粉が多数観察された。大きな摩耗粉ほど不整な表面形状を有していたが、星型や針型のような鋭角の形状を有する摩耗粉は観察されなかった。粒径が15μm以下の微細摩耗粉の割合は分子量115万、240万、および340万の場合、それぞれ66%、74%、および38%であった。

培養液中のLDH活性はFig.4に示すとおり、分子量115万、240万、および340万の場合、それぞれ $6.6 \pm 2.5$  (平均±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( $p=0.054$ )、大きく低下していた。組織観察では、いろいろな大きさの摩耗粉がマクロファージに取り囲まれている様子が観察された。

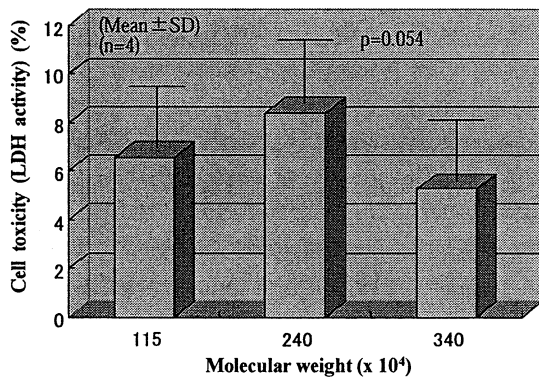


Fig.4 Cell toxicity as a function of molecular weight of UHMWPE

### 3.3 考 察

リン酸緩衝液中における摩擦では、摩耗量ほどの分子量の場合も有意差がみとめられず、また、顕微鏡観察でも摩耗粉形態に差異は認められなかった。ところが摩耗粉の大きさには分子量依存性があり、分子量 240 万の場合に、摩耗粉径が 15  $\mu\text{m}$  以下の微小摩耗粉の割合が最も高かった。LDH 活性の分子量依存性が、微細摩耗粉の分子量依存性と同様の変化を示すことから、UHMWPE の分子量の違いが摩耗粉のサイズに影響をおよぼし、微細摩耗粉の生成割合が多い分子量 240 万の場合にマクロファージに対する細胞毒性が増大したと考えられた。

### 4. 結 言

人工関節に使用されるバイオマテリアルのうち、医用ステンレス合金およびチタン合金などに含まれる金属材料は、マクロファージの貪食の影響を受けると溶出イオン量が増大する。特に、チタンは単体では生体不活性であるが、粉末状ではマクロファージ存在下で多量に溶出し、高い細胞毒性を示す。毒性に直接的に影響を与えている因子は、金属粉末の大きさや形状などの物理的要因ではなく、溶出金属イオンという電気化学的要因である可能性が高い。一方、人工関節で金属材料の相手材として使用される UHMWPE の摩耗はポリエチレンの分子量による差があまり見られず、摩耗粉による細胞毒性は摩耗粉の大きさに依存し、摩耗粉径が 15  $\mu\text{m}$  以下の微細摩耗粉の割合が多い場合に毒性が高い。UHMWPE の細胞毒性は、金属材料とは逆に、摩耗粉の大きさという物理的な要因に支配されている。

### 文 献

1. 中山, 木村, 森田, バイオトライボロジーシンポジウム, 2006, p.3.
2. Y. 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.
3. M. Ashihara, and Y. Kimura, On the Corrosion and Wear

Corrosion Characteristics of Various Substitutive-Materials for Living Body in Quasi-Human Body Environment, Proceedings of ISAM 2003, Vol. 2, 547-551, 2003.

4. Y. Kimura, T. Honma and M. Morita, Evaluation of Corrosion Resistance and Biocompatibility of Ti-Ni Alloy, Proceedings of Ti-2003, Vol.V, 3221-3228, 2004.

5. 藤江, 倉田, 関口, 森田, 超, 超高分子量ポリエチレン摩耗粉の細胞毒性, 運動・物理療法 (J. Physical Medicine), 14 卷 4 号, 279-285, 2003

6. 藤江, 関口, 倉田, 武本, 森田, 超高分子量ポリエチレンのトライボロジ特性と摩耗粉の細胞毒性, 日本機械学会関東支部第 10 期総会講演会抄録集, 147, 148, 2004

### 6.3. ミミズのマイクロライボロジー

藤江 裕道

#### 1. 緒言

マイクロファブリケーション技術の発達によって、従来の機械では実現されなかった、より優れた機能を有する機械を創成することが可能となってきた。中でも移動機構に関しては、脚を持つ生物の移動機構を規範としたマイクロマシンの開発が盛んに行われている<sup>1)</sup>。これに対し、ミミズやヘビなどの脚を持たない生物の移動機構を規範とするマイクロマシンに関する研究も行われている。これらの生物は柔軟な体節を地面に摩擦させながら運動するため運動効率は低いながらも、非常に安定した移動を行うことが可能である。こうした生物の移動機構の応用先として、被災地の瓦礫の隙間や体内の微細空間などが考えられる。このような生物の中でもミミズは、体表の摩擦特性や体の伸縮運動による波動伝播を移動の原理とし<sup>2)</sup>、微細空間内の移動に適していると考えられ、興味深い点が多い。ミミズの体表には長さ約 100 μm の剛毛が突起し、粘液が体表を覆っており、これらがミミズの移動機構において重要な役割を担っているはずである<sup>3)</sup>。そこで本研究では剛毛と粘液に着目し、移動におけるこれらの機能を実験的に解析した。

#### 2. 実験方法

##### 2-1 3次元マイクロ床反力計による移動解析

ミミズと移動床面間に働く荷重と摩擦力の計測のため、3次元床反力計を製作した(Fig.1)<sup>3-5)</sup>。上面のプレート上をミミズに移動させ、プレート中央部の直径 5 mm の荷重検出部に体表が接触すると、センサー部分に荷重が伝わる仕組みとした。ミミズ進行方向の摩擦力、垂直荷重、および側方力を独立に計測できる仕組みとした。

本実験においてはシマミミズ(n=5)を用いた。ミミズと荷重検出部との位置関係及びミミズの部位について Fig.2 に示す。ミミズの移動経路の表面には表面粗さの異なるアルミ板 (Ra=6.4, 26.5, 56.2 μm) を貼り、移動経路の表面粗さを変化させた。

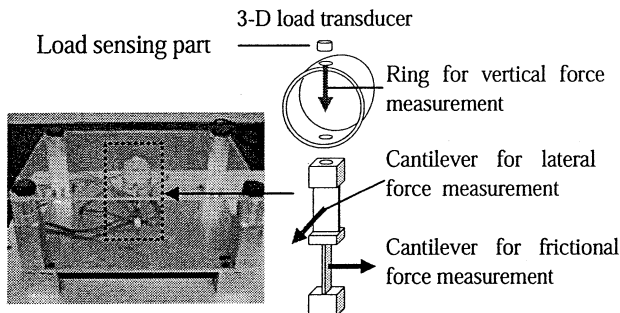


Fig.1 Three dimensional micro force plate

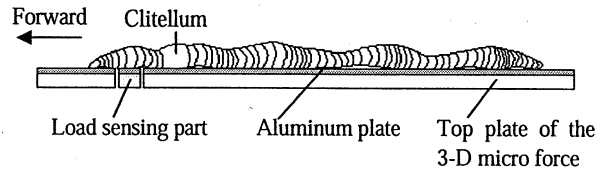
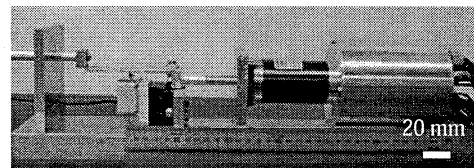


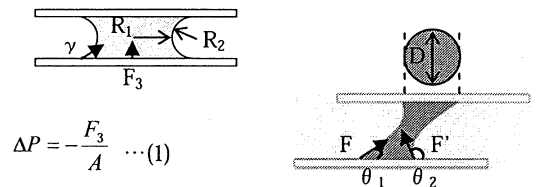
Fig.2 Earthworm moving on the top plate of the 3D micro force plate

##### 2-2 マイクロ粘度計の開発と粘度測定

ミミズ粘液の粘度測定のために、微量な試料でも粘度を測定できるマイクロ粘度計を開発した(Fig.3)。幅 0.1 mm に固定された 2 枚のガラスプレート間に液滴を挟み込み速度 1, 2, 3, 5, 10 mm/s で剪断させ、剪断力  $F_1$  を測定した。また、少量試料であるため表面張力の影響  $F_2$  が無視できない。そこで吸着力  $F_3$  を測定し(式 1)、ラプラスの式を用いて表面張力  $\gamma$  を算出した(式 2)。さらに剪断時の形状から  $F_2$  を求めた(式 3)。  $F_1$  から  $F_2$  を差し引き、粘度を算出した(式 4)。開発した粘度計の性能テストおよび校正のため、粘度 0.1, 1.0, 5.0, 12.5 Pa·s の粘度校正液(Viscosity standard solution, Brookfield)で計測した。その後、ミミズをアセトンを含ませた綿棒で刺激して粘液を採取し、粘度計測を行った。



a) Micro viscometer

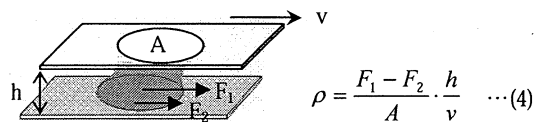


$$\Delta P = -\frac{F_3}{A} \dots (1)$$

$$\gamma = \frac{\Delta P}{\left(\frac{1}{R_1} - \frac{1}{R_2}\right)} \dots (2)$$

$$F_2 = D(\gamma \cos \theta_1 + \gamma \cos \theta_2) \dots (3)$$

b) Surface tension analysis



$$\rho = \frac{F_1 - F_2}{A} \cdot \frac{h}{v} \dots (4)$$

c) Shear force in relation to viscous force and surface tension  
Fig.3 Micro viscometer and calculation of viscosity from shear force and surface tension

### 3. 実験結果

#### 3-1 摩擦力和垂直力

表面粗さが  $6.4 \mu\text{m}$  のときの測定の 1 例を示す(Fig.4). 摩擦力のプラス方向は静止摩擦力を示し, マイナス方向は動摩擦力を示している. 最大垂直荷重は  $0.013 \text{ N}$  であり, 最大摩擦力は  $0.03 \text{ N}$  であった.

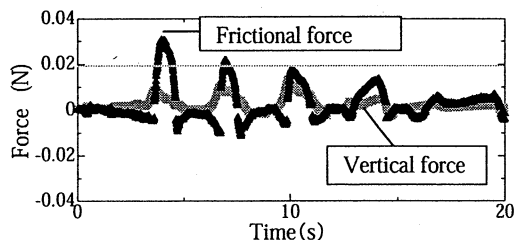


Fig.4 Vertical force and frictional force of *Eisenia fetida* when moving on the surface of aluminum plate ( $R_a=6.4 \mu\text{m}$ )

#### 3-2 摩擦係数

検出された摩擦力と垂直力から摩擦係数を算出した(Fig.5). 実験結果から, シマミズ最大の静止摩擦係数は, 表面粗さ  $R_a=6.4, 26.5, 56.2 \mu\text{m}$  の時にそれぞれ  $7.0 \pm 0.7, 6.6 \pm 0.2, 5.3 \pm 0.7$  (平均  $\pm$  標準偏差) であった. また, 動摩擦係数は, 各表面粗さにおいてそれぞれ  $2.7 \pm 0.6, 2.5 \pm 0.3, 1.8 \pm 0.4$  であった. ミミズ移動時の静止摩擦係数は床面粗さが粗くなるほど低くなり, 動摩擦係数については粗さによらずほぼ一定であることが分かった.

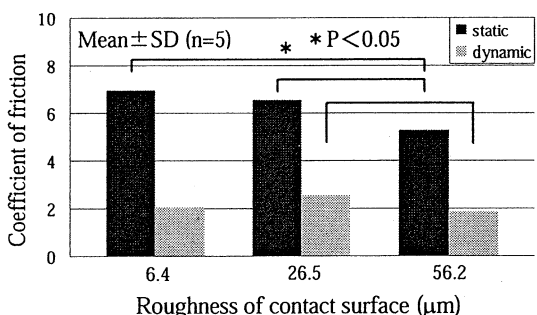


Fig.5 Coefficient of friction of *Eisenia fetida* against aluminum plates ( $R_a=6.4, 26.5,$  and  $56.2 \mu\text{m}$ , respectively)

#### 3-3 表面張力

校正液とミミズ粘液の表面張力計測結果を Fig.6 に示す. 粘液の表面張力は, どの校正液よりも有意に高かった.

#### 3-4 粘度測定結果

規定値  $1.0, 0.1 \text{ Pa}\cdot\text{s}$  の粘度校正液と, ミミズ粘液の粘度算出結果を Fig.7 に示す. 校正液は低粘度になるほど剪断速度の依存性が低下し, ほぼニュートン流体と考えていいほど剪断速度の依存性はなかった. これらに比べ, ミミズ粘液は明らかな非ニュートン性を示した.

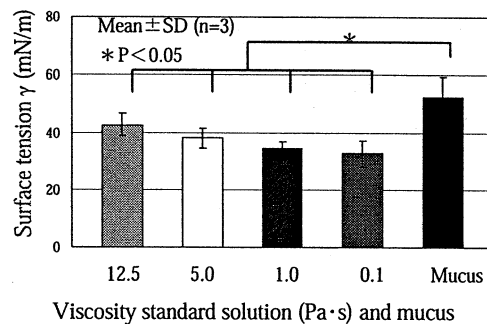


Fig.6 Viscosity of the mucus liquid of earthworm as compared with viscosity standard solution

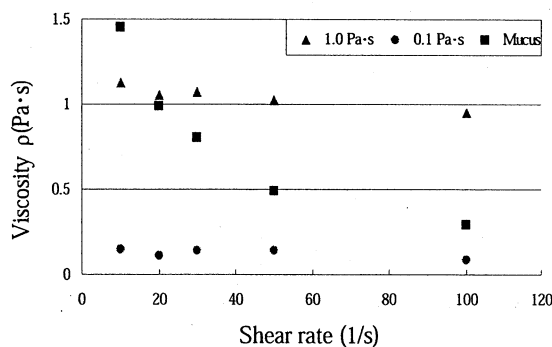


Fig.7 Relationship between shear rate and viscosity for mucus liquid as compared with viscosity standard solution

### 4. 考 察

シマミズの静止摩擦係数は滑らかな面であるほど有意に高かった. これは, 比較的滑らかな表面上では, 剛毛のスパイクとしての機能よりも粘液の吸着力が有効に働いているためと考えられる. マイクロ粘度計の結果では, ミミズ粘液は, どの粘度校正液よりも表面張力が高く, 剪断速度  $10(1/\text{s})$  の粘度は剪断速度  $100(1/\text{s})$  のときの約 3 倍であり, 強い非ニュートン性を示した. このことから, 静止している部分では, ミミズ粘液の粘性抵抗が高まり, また表面張力を利用することで, より強く地面をグリップすることができ, 逆に移動している部分では粘液の粘性抵抗が低下し, 粘液が移動の妨げになるのを低減していることが推察された. つまり, 移動速度により粘度が変化することで, 静止部分と移動部分での粘性抵抗の差が開き, スムーズに移動していると考えられる. また, 静止する際, 垂直力が一瞬マイナスに検出された(Fig.4). これは, 移動に移行する瞬間に体節を床面から引き剥がすことで, 粘液の粘性抵抗と表面張力を低下させスムーズに動き始めるためと考えられる.

剛毛の観察からミミズの剛毛は静止する際に突き出し, 移動に移行するとき引込むことが分かった(Fig.8). このことから, ミミズの剛毛はスパイクとしての機能を有し, 後方へのずれの防止など, 粘液による床面グリップの補助的な役割を果たしていると考えられる.

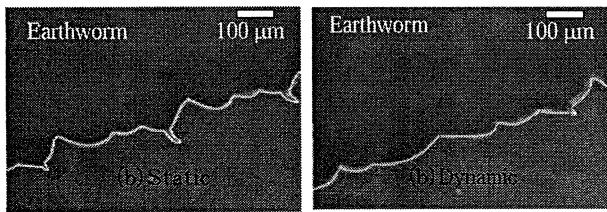


Fig.8 Microscopic observation of the seta of *Eisenia fetida*

## 5. 結 言

ミミズの摩擦特性と移動メカニズムを解析するために 3次元マイクロ床反力計による移動解析, およびマイクロ粘度計による粘度計測を行った. その結果, 以下のことが分かった.

- 1)最大静止摩擦係数は, 移動表面の表面粗さが  $Ra=6.4, 26.5, 56.2 \mu\text{m}$  のとき, それぞれ 7.0, 6.6, 5.3 であり, 移動表面が比較的滑らかであるほど静止摩擦係数は有意に高くなる. 動摩擦係数は粗さによらず一定である.
- 2)粘液の強い非ニュートン性, および体表の引き剥がしによる表面張力の低下を利用して, 静止部と移動部の粘液による剪断抵抗を変化させている.
- 3)剛毛は, 粘液によるグリップの補助的な役割を果たし, 粘液の効果が薄れる粗い表面において, スパイクとして機能することで移動効率を上げている.

## 文 献

- 1) 高橋他: 精密工学会誌, 61-593, (1995), 90-94.
- 2) 前野他: 日本機械学会論文集(c), 62-603, (1996), 142-149.
- 3) 甕他: 日本機械学会関東支部総会講演会講演論文集, 12101, (2004), 131, 132.
- 4) Motai, et al.: Proceedings of the 5<sup>th</sup> International Forum of Biotribology (2005), 101,102.
- 5) Fujie, et al.: Proceedings of the 5<sup>th</sup> International Symposium on Aero Aqua Bio-mechanisms (2006), P18
- 6) Fujie, et al.: 5<sup>th</sup> World Congress of Biomechanics (2006), S361
- 7) 中島他: 日本機械学会年次大会講演論文集, (2006), 169, 170.

## 6.4. 幹細胞バイオメカニクス

藤江 裕道, 中田 研, 中村憲正

### 1. 緒言

人体の骨格に自由度を与える生体関節には、軟骨、靭帯、腱、半月板などの組織がある。これらの組織は損傷を受けると治癒しにくいいため、再生・修復方法の開発は急務である。この中でも、軟骨再生の研究が盛んで、細胞をコラーゲンの足場材に埋入し、患部に置換する方法や、細胞が自己生成した組織を足場材とし、患部に置換する方法などの研究が行われている。しかし、靭帯や腱などの線維性組織については、再生・修復のための方法に関する研究が進んでいない。

腱や靭帯といった線維性組織は I 型コラーゲンを主成分とし、コラーゲン線維が一方に配向している。そのため、線維配向方向の引張剛性と強度が高く、荷重の伝達や運動の拘束に好都合な性質を有している。このような配向性をもった線維性組織を幹細胞から作り出せるのではないかと考えた。そこで本研究では間葉幹細胞を利用して、靭帯や腱などの線維性組織の再生に向けた基礎データを得る目的とし、次の 2 つの方法を検討した。まず 1 つ目は、細胞や生体組織が力学的な環境に適応して構造と特性を変化させるリモデリングと呼ばれる機能を利用した方法である。線維性組織は構造上、引張荷重の影響を受けやすいため、培養中に引張荷重を与える事で組織生成と配向を促すことができると考えられる。2 つ目の方法は、溝を作成したガラス板上で幹細胞を培養する事により、細胞が増殖、基質産生をする際の方向を限定する方法である。

本研究では、ヒト滑膜由来細胞の継代培養により幹細胞を増殖させ、足場材を用いない幹細胞自己生成組織 (stem cell based Self-Assembled Tissue, scSAT) を作成して試料として用いた。上記の二つの方法で線維配向を有する組織再生材料を作成し、線維配向度と力学的異方性を調べた。

### 2. 実験方法

#### 2-1 荷重下培養組織の作成

ヒト膝関節滑膜を採取し、コラゲナーゼ処理で線維性組織を分解した後に、トリプシン処理で細胞を分離した。その後、継代を行い、細胞数を増やした。ある程度細胞が増えた所で、細胞密度を  $4.0 \times 10^5$  cells/cm<sup>2</sup> になるようにして、これを初期細胞密度と定義した。次にアスコルビン酸 2 リン酸 0.2 mM を添加し、さらに 28 日間培養を行った。その後、細胞と生成された細胞外基質の複合体を培養皿から遊離させ、浮遊培養を 1

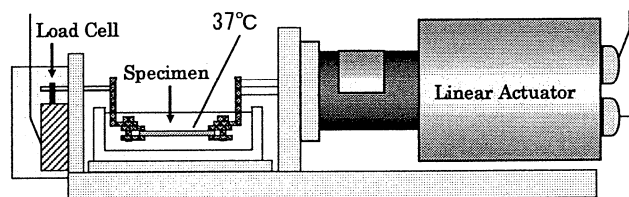


Fig.1 Cyclic culture system for scSAT

時間行くと組織は自然収縮を起こし、滑膜由来細胞自己生成組織(scSAT)を生成した。生成された scSAT に力学刺激を与えるために繰り返し荷重下培養装置を開発した(Fig.1)。開発した装置をクリーンベンチ内に置き、培養液に浸した scSAT をチャックに挟み込んだ。その後、装置ごと 37°C 一定のインキュベータ内に設置し、リニアアクチュエータ(LAH-46-3002-PA-V1, ハーモニックドライブ)により引張荷重を与えた。荷重はロードセル(LVS-10GA, 共和電業)で検出し、最大 5 mN, 最小 2.5 mN の繰り返し引張荷重を 1 時間与えた。荷重下培養後は scSAT をチャックから外し、インキュベータ内で 23 時間培養液中に静置した。この引張荷重を与えたものを荷重群(Loaded)とした。また比較対照として培養皿から遊離させた後、24 時間培養液中に静置したものを無荷重群(L-Control)とした。

#### 2-2 配向性培養組織の作成

ウェットエッチング法により、ガラス板(テンパックスガラス, 千葉理科ガラス)に、幅 100 μm, 深さ 30 μm, ピッチ(200μm, 160μm)の溝の作成した(Fig.2)。ガラス板を用いて初期細胞密度  $1 \times 10^5$  cells/cm<sup>2</sup> (2 ヶ月培養)と  $4 \times 10^5$  cells/cm<sup>2</sup> (21 日培養)の培養を行い、scSAT を作成した。これらの培養過程でアスコルビン酸 0.2 mM を添加し培養を行なった。このようにして生成した組織を、配向培養組織(Oriented)とした。比較用として、加工を施していないガラス上(O-Control (G))と、通常の培養皿(O-Control)でも培養を行った。

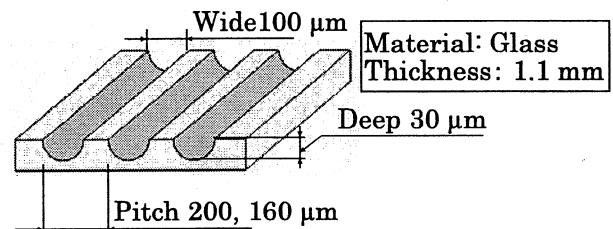


Fig.2 Surface geometry of a glass plate for cell culture

#### 2-3 引張試験

引張試験は荷重下培養装置と同様の引張試験機を作成し、使用した。scSAT を 37°C 一定に保たれた生理食塩水中で把持し、速度 0.05 mm/s で試験片が破断するまで引張荷重を与え、試験中の荷重はロードセルで検出した。ひずみは磁石とポリスチレンにより作成したマークを CCD カメラと画像センサにより検出し非接触で計測し求めた。

荷重下培養組織の引張試験では、Loaded 群と L-Control 群の引張荷重方向の力学的特性を比較した。配向性培養組織の引張試験では、 $1 \times 10^5$  cells/cm<sup>2</sup> (2 ヶ月培養)の組織で O-Control 群と Oriented 群の配向方向の強度を比較した。また  $4 \times 10^5$  cells/cm<sup>2</sup> (21 日培養)



の組織で Oriented 群の配向方向と配向に対して垂直方向の強度の違い(異方性)を調べた。

## 2.4 組織観察

組織学的検討として、微分干渉顕微鏡 (IX71, オリンパス) により組織表面の観察を行った。

## 3. 結果

### 3.1 繰り返し荷重下培養組織の引張試験

Fig.3(a)は、代表的な荷重下群と無荷重群の応力-ひずみ線図を示す。L-control 群は軟らかく、応力の立ち上がりが遅かったが、Loaded 群は剛く、応力の立ち上がりが早かった。組織の剛性を求めるために、応力-ひずみ線図のひずみ 5%~15%における傾きを接線係数として求め比較した(Fig.3(b))。その結果、Loaded 群の接線係数は、L-Control 群より有意に高かった。また引張強度は、荷重群が 0.171 MPa、無荷重群が 0.178 MPa となり、有意差は無かった。

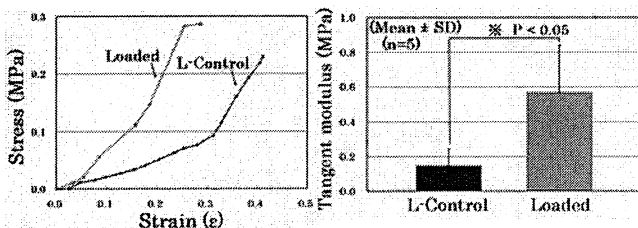


Fig.3 (a) Typical stress-strain curves (a) and tangent modulus in 5%-15% of strain(b) of Loaded group and L-control

### 3.2 配向性培養組織の引張試験

#### ・scSAT と配向培養組織の引張試験

Fig.4 は代表的な O-Control 群と、Oriented 群の応力-ひずみ線図である。引張試験の結果、Oriented(160  $\mu$ m)の破断強度が 0.21 MPa と高く、接線係数の立ち上がりも早かった。次いで Oriented(200  $\mu$ m)の破断強度が 0.12 MPa と続き、Oriented(200  $\mu$ m)は 0.07 MPa、0.08 MPa と同程度の強度であった。Oriented 群の破断強度は O-control 群に比べ有意に高かった。

また O-control と O-control (G)の間には、破断強度に有意な差が見られなかった。

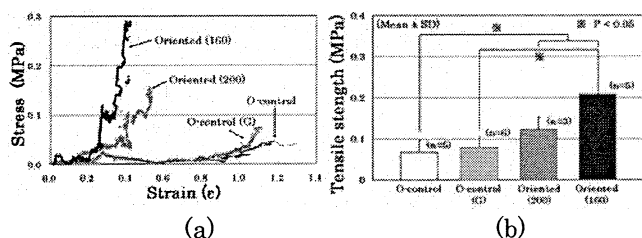


Fig.4 Typical stress-strain curves (a) and tensile strength (b) of Oriented group and O-control group

#### ・配向方向と垂直方向の強度変化

初期細胞密度  $4 \times 10^5$  cells/cm<sup>2</sup> の組織を、Pitch200 の溝を作成したガラス板の上で 21 日培養した scSAT を用い、線維配向方向と垂直方向の引張特性を比較した。Fig.5 は、配向方向と垂直方向の代表的な応力-ひずみ線図を示す。配向方向は垂直方向に比べて応力の立ち上がり早い傾向が見られた。また破断強度も有意差

はなかったが、配向方向の破断強度が 0.75 MPa、垂直方向が 0.53 MPa であり配向方向に強い傾向を示した。これらは組織内の線維が配向していたため、配向方法には強く、配向方向と垂直な方向には弱くなったためと考えられる。

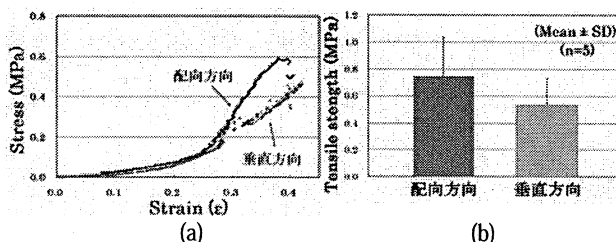


Fig.5 Typical stress-strain curves (a) and tensile strength (b) in longitudinal and vertical directions of Oriented group

### 3.3 組織観察の結果

#### ・培養期間中の組織

初期細胞密度  $1 \times 10^5$  cells/cm<sup>2</sup> で通常培養した O-Control 群と、Oriented 群の細胞観察の様子を Fig.6 に示す。O-Control 群では基質に方向性が見られなかった。Oriented 群では、Fig.6 溝に沿って基質が生成された。

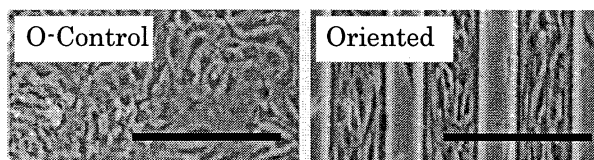


Fig.6 Microscopic observation of Oriented group (bar 250 $\mu$ m)

荷重下培養装置で培養した Loaded 群は、引張荷重方向に配向していた。それに対して無荷重群の L-Control 群が一様に分布していた。

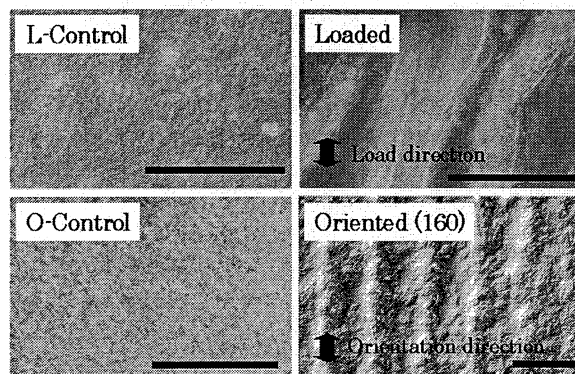


Fig.7 Differential interference contrast microscopic observation of Loaded and Oriented groups as compared with their control groups (bar 200 $\mu$ m)

## 4. 考察

繰り返し荷重下培養した scSAT の引張試験及び組織観察の結果から、荷重下で培養した組織は剛性が高くなり、組織にも配向性が見られた。これは荷重下培養により、コラーゲン線維同士の隙間が狭くなり、線維が荷重方向に整列したため、組織の配向が変化し力学的

特性も変化したためと考えられる(Fig.8).

O-Control と O-Control (G)の間には、破断強度に有意な差が見られなかった。このことからガラスが組織に与える影響はないと考えられる。

ガラス板上で培養した Oriented は、O-Control 群と比べ破断強度が増した。これは、溝を作成したガラス板上で培養することにより、基質内部の線維が、溝に沿って生成されたためと考えられる。また、線維方向と垂直方向の引張試験でも同様の理由で、組織の方向の違いから破断強度が垂直方向より強い傾向を示したと考えられる。

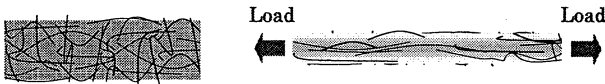


Fig.8 Structural remodeling in response to cyclic tensile load

## 5. 結 言

幹細胞自己生成組織(scSAT)に対し、荷重下培養、または配向性培養を行い、それら培養環境の基質生成に及ぼす影響を調べた。その結果、両各件ともに線維配向構造を有し、力学的異方性を備えた組織再生材料が生成されることが分かった。特に、配向性培養においては、マイクロファブリケーションの技術を細胞培養に導入した点が斬新であり、培養皿の微細加工により異方性などの構造特性を持たせた組織再生材料を創成できることが分かった。腱や靭帯などの線維性組織の再生にとって革新的な技術になることが予想される。

今後は基質生成を最適化する荷重各件及び溝の形状を調べると共に、このようにして生成された材料が線維性組織の修復・再生に適しているかを検討する必要がある。

## 文 献

- 1) Ando W, et al.: Proceedings of the ORS, 1763, (2004)
- 2) Woo S. et al.: Journal of Bone and Joint Surg, (1987)
- 3) Yamamoto E. et al.: Journal of Biomech Eng, (2005)
- 4) Makiko Goto. et al.: Anal Bioanal Chem, (2007)
- 5) James H-C. et al.: Journal of Biomech, (2003)

## 6.5. 循環器系バイオメカニクス

杉井 康彦

### 1. 結 言

マイクロスケールの血管内の流れである血流と血管との関係を調べる研究が盛んである。特に、動脈硬化、心筋梗塞、脳梗塞など血管の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 *in vivo* や *in vitro* の実験により調べられている<sup>①</sup>。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<sup>②</sup> が調べられているが、そのメカニズムは不明な点が多い。メカニズムの解明のために、マイクロ加工技術を用いて作成したマイクロデバイス内で血管内皮細胞を培養し、疑似血管マイクロデバイスが開発され、内皮細胞への白血球の付着性について調べられている<sup>③</sup>。一方、層流の理論解より求めた壁面せん断速度より、動物実験によって求めた速度場から求めたせん断速度が、小さくなっていることが報告されている<sup>④</sup>。

本項では、医療への応用例として疑似血管デバイスについて述べる。

### 2. 疑似血管マイクロデバイス

これまでに、培養ディッシュなどにおいて細胞培養技術が確立されているが、マイクロデバイス内での培養は、その空間が微小であるために培養液を充填しただけでは細胞に対する培養液の量が少なく栄養や酸素が不足し、さらに老廃物が滞留するために、細胞が死滅するなどの問題がある。これらの問題を解決するために、新鮮な培養液を細胞に連続的に供給する必要があるが、還流の際に気泡が混入したりコンタミしたりするだけでなく、還流によって細胞が壁面より剥がれなどが発生するなどの問題が生じる。そこで、細胞の接着性を高めるために、流路壁面のコーティング方法を検討し、シリンジポンプを用いて吸引する方法を用いることや溶液の交換方法を工夫することによって、気泡の混入やコンタミを避けることが可能となり、マイクロデバイス内での細胞培養が可能となった。

正常ヒト臍帯静脈内皮細胞 (Human Umbilical Vein Endothelial Cells: HUVECs) を作成した幅 400 $\mu\text{m}$ 、深さ 100 $\mu\text{m}$ 、長さ 2cm の直線流路から成る PDMS (polydimethylsiloxane) 製マイクロデバイス内に、前述の吸引法で  $1.0 \times 10^6$  cells/ml の濃度で導入を

行った。細胞のチャンネル壁面への接着を確認した後、37.0°C の 5.0% の濃度で CO<sub>2</sub> インキュベータ内に静置して培養を行い、定常的に培養液の還流を行った。

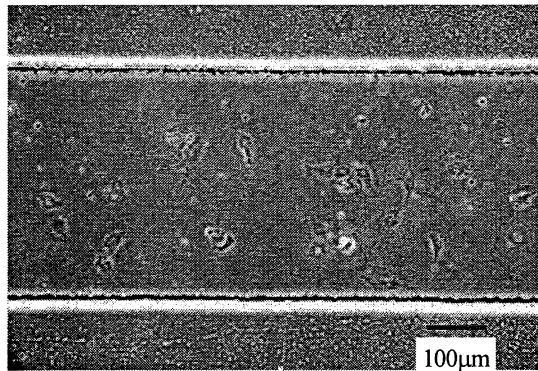
PDMS 製マイクロデバイスの作成方法は以下の通りである。クリーンルーム内にあるマイクロ加工装置を用いてガラス基板にレジスト剤を塗布し、フィルムマスクに描かれた流路形状をレジスト剤に転写後、現像して型を作成した。作成した型の上に PDMS を流し込み、オーブンで焼き固めて、引き剥がした。O<sub>2</sub> プラズマで表面処理し親水性にし、厚さ 0.17mm のカバーガラスに貼り付け、溶液を流すためのチューブを取り付けた。

図 1 に細胞を導入してから (a)4 時間後、および (b)116 時間後のマイクロチャンネル内の内皮細胞を示す。位相差用対物レンズ (20 $\times$ , N.A.=0.40) とデジタル一眼レフカメラ (3872 $\times$ 2592 pixels, 24 bit) を取り付けた倒立型位相差顕微鏡を用いて撮影した。焦点を流路の底面に合わせている。図中の上部と下部にある白い帯状の部分がマイクロチャンネルの壁面であり、図中の右から左へと培養液を流した。細胞を導入してから (a)4 時間後では、細胞を付着させるために、培養液を還流させておらず、大きさが約 30~40 $\mu\text{m}$  程度の円形となっている。細胞密度は、71.4 個/mm<sup>2</sup> である。(b)116 時間後では、長さが約 70~90 $\mu\text{m}$  程度の横長な細胞が確認できる。これは培養液を還流しているために、細胞が流れの向きに配向し、伸展したためである。細胞密度は、191.4 個/mm<sup>2</sup> と細胞分裂を繰り返して増殖しており、ほぼコンフルエントとなっている。このことから、本研究で開発したコーティング方法やマイクロチップ内での培養方法が、有効であることが確認できた。

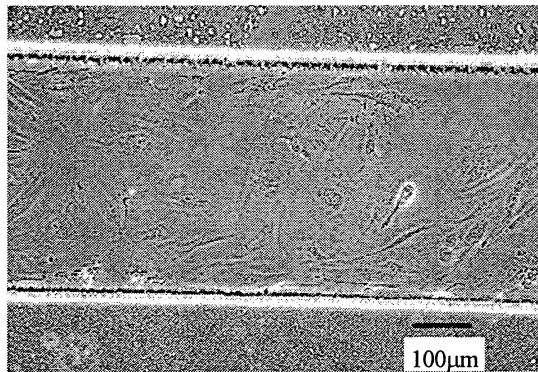
作成した疑似血管マイクロデバイス内の流れ場の速度分布の計測を行った。図 2 に、マイクロ PIV システムにより撮影した蛍光粒子画像を示す。倒立蛍光顕微鏡のステージに設置した疑似血管マイクロデバイス内を水銀ランプとカラーフィルタブロックを用いて同軸落射照明し、40 倍の油浸レンズ (40 $\times$ , N.A.=1.30) で拡大した像を高速カメラ (1024 $\times$ 1024 pixels, 1000 FPS, 8 bit) で撮影した。撮影領域は 416 $\mu\text{m}$  $\times$ 416 $\mu\text{m}$  であり、流路底面に付着した内皮細胞

胞に焦点を合わせている。粒子径が  $1.0\ \mu\text{m}$ 、密度が  $1.05\ \text{g/cm}^3$  であり、 $535\ \text{nm}$  で励起し  $575\ \text{nm}$  の蛍光を発生する染料を含有している蛍光粒子を培養液に混入し、マイクロデバイス内にシリンジポンプを用いて  $10.0\ \mu\text{l/min}$  の流量で流した。平均流速は  $4.16\ \text{mm/sec}$ 、レイノルズ数は  $0.66$  となる。画像中央付近に、白く明るい蛍光粒子が確認できる。これは、励起光のムラのために、画像中央部のみが照明されているためである。また、蛍光粒子を培養液で洗浄したため、粒子の細胞への付着を抑えることが出来ており、細胞近傍の速度分布を計測することが可能である。

図3に蛍光粒子画像に高解像度PIV法を適用して得られた速度分布を示す。なお、照明ムラのため十分な輝度を得られている画像中央部のみを解析した。得られた速度ベクトルの空間解像度は、 $13\times 13\ \mu\text{m}$  である。画面中央付近で最大流速  $0.3\ \text{mm/sec}$  となり、断面形状が矩形である流路内の層流解とほぼ一致している。しかしながら、 $x=130, y=250$  や  $x=230, y=180\ \mu\text{m}$  付近では、速度が小さく計測されている。その原因として、細胞の核の付近では、細胞が  $2\text{-}3\ \mu\text{m}$  程度盛り上がっているなどの3次元性によるものと考えられる。



(a) 4 hours after seeding



(b) 116 hours after seeding

Fig. 1 Phase-contrast image of ECs cultured in the microchip

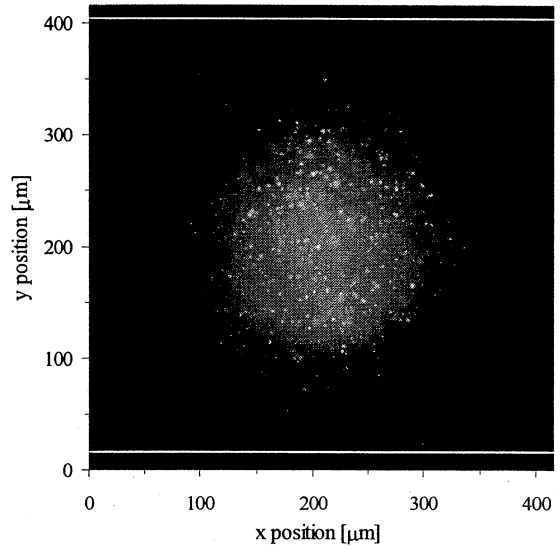


Fig. 2 Fluorescent particle image near the ECs surface in the microchip

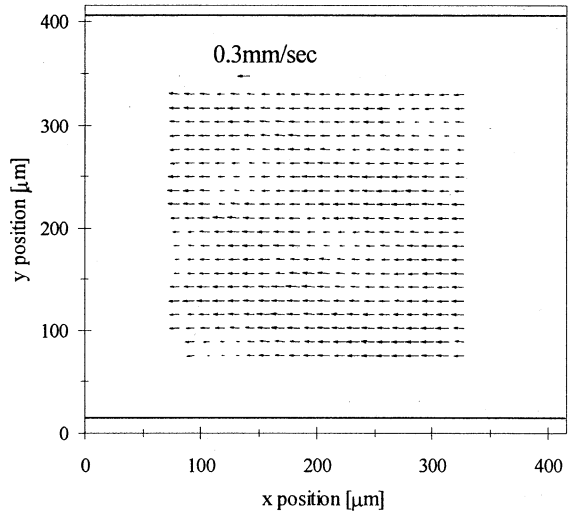


Fig. 3 Time-averaged velocity distribution near the ECs surface in the microchip

### 3. 結 言

PDMS製マイクロデバイス作成し、マイクロデバイス内で血管内皮細胞の培養方法を検討して培養を行い、培養開始から116時間後にコンフルエントになったことが確認できた。マイクロPIVシステムを用いて疑似血管マイクロデバイス内の内皮細胞近傍の速度場を計測した。このデバイスを用いることによって、血管疾患などの原因解明などに利用が期待される。

## 文 献

- (1) Gouverneur, M., et al., Vasculoprotective properties of the endothelial glycocalyx: effects of fluid shear stress, *J. Inter. Medicine*, Vol. 259, No. 4, (2006), 393-400.
- (2) Mochizuki, S., et al., Role of hyaluronic acid glycosaminoglycans in shear-induced endothelium-derived nitric oxide release, *Am. J. Physiol Heart Circ Physiol*, Vol. 285, (2003), H722-H726.
- (3) Tanaka, Y., et al., Culture and leukocyte adhesion assay of human arterial endothelial cells in a glass microchip, *Anal Sci*, Vol. 23, No.3, (2007), 261-266.
- (4) Sugii, Y., et al., In vivo PIV measurement of red blood cell velocity field in microvessels considering mesentery motion, *Physiol. Meas*, Vol. 23, (2002), 403-416.