

目 次

FMS(Functional Microstructured Surfaces Research Center)

微細加工による新機能表面・構造の創成と応用・・・センター長 鈴木健司 1

- I. 新機能表面・構造創成のための基礎技術の体系化・・・3
 - 1.1 マイクロ・ナノ規則性構造材料の創成・・・小野幸子, 阿相英孝 5
 - 1.2 微細構造を有する高分子系複合材料を用いたトライボマテリアルの開発・・・西谷要介 7
 - 1.3 MEMS 技術を利用した機能表面の創成と応用・・・鈴木健司 9
 - 1.4 パルスビーム加工による材料表面の機能創成と応用・・・武沢英樹 11

- II. 新機能表面・構造の生体医工学分野への応用・・・13
 - 2.1 表面技術の生体医工学応用・・・橋本成広, 安田利貴 15
 - 2.2 ナノバイオメカニクスと組織修復への応用・・・藤江裕道 17
 - 2.3 バイオシステムに対するナノ・マイクロ規則構造表面の機能解明・・・小野幸子, 阿相英孝 19

- III. 新機能表面・構造の流体・エネルギー分野への応用・・・21
 - 3.1 スポーツ用機能性生地の開発・・・伊藤慎一郎 23
 - 3.2 流体機能の創成とマイクロ推進体への応用・・・佐藤光太郎 25
 - 3.3 表面微細加工技術を利用した相変化伝熱機能の創成と応用
～微細加工による相変化伝熱の向上化と制御～・・・大竹浩靖 27

- IV. 新機能表面・構造のマイクロメカトロニクス分野への応用・・・29
 - 4.1 生物の表面機能の解明とロボットへの応用・・・鈴木健司 31
 - 4.2 濡れ・付着機能の創成とマイクロマニピュレーションへの応用・・・見崎大悟 33

微細加工による新機能表面・構造の創成と応用

Creation and Application of Novel Functional Surfaces and Structures Based on Microfabrication Technology

FMSセンター長：鈴木 健司

1. 研究プロジェクトの背景・目的

本学では、機械系、化学系の教員を中心に、2003-2007年度にハイテクリサーチセンター整備事業として「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(SMBC)」,引き続き2008-2012年度には、私立大学戦略的研究基盤形成支援事業として「スマート機械システム創成技術に基づいた生体医工学研究拠点の形成(BERC)」が採択・実施されてきた。本プロジェクトは、2つの先行プロジェクトで得られた知見と、整備されたマイクロ加工設備、バイオ関連設備を活用した新規のプロジェクトとして、2013年度に文部科学省私立大学戦略的研究基盤形成支援事業に採択されたものであり、微細加工によって得られる表面の構造と機能に関する基礎技術の体系化と応用技術の確立を目指すものである。プロジェクト名は「微差加工による新機能表面・構造の創成と応用」であり、プロジェクトを推進する研究組織が「機能表面研究センター」(FMS: Functional Microstructured Surfaces Research Center)である。

近年のマイクロ・ナノ技術の進展にとともに、表面の微細構造によって様々な機能が発現することが明らかになってきた。また、微細加工技術の進展により、表面改質やテクスチャリング等の技術が発達し、流体、材料、光学、医療など種々の分野で表面機能の活用が不可欠なものとなりつつある。さらに、ヤモリの指やハスの葉など、身近な生物の表面にもナノメートルオーダーの微細な構造が形成されており、これらが付着や撥水など生体にとって重要な役割を担っていることが明らかになってきた。最近では、「ヤモリテープ」や「サメ肌水着」など、生体の表面機能から学んだ工業製品も開発されるようになった。

しかし、各分野で独自の観点から研究が進められてきたために、表面の構造と機能に関する体系的な理解は手付かずの状態にあり、分野横断的な知識の整理、体系化が求められている。そこで本研究プロジェクトでは、①微細構造によって発現する表面機能とその加工技術に関する基礎的な学問・技術体系の構築、②表面機能の種々の分野への応用技術の確立の2点を目的とする。

2. テーマ構成

図1に本プロジェクトのテーマ構成を示す。テーマ1の基礎研究では、SMBCで得られた知見、マイクロ加工・評価装置を有効に活用し、ミリメートルからナノメートルに及ぶ表面微細構造の加工技術、および微細構造により発現する表面機能の設計、制御、評価技術に関する研究を展開し、知識の整理・体系化を行う。応用研究では、SMBC、BERCで蓄積のある生体医工学分野(テーマ2)、流体・エネルギー分野(テーマ3)、マイクロメカトロニクス分野(テーマ4)における表面機能の応用技術の確立を目標とする。テーマ1の基礎研究で得られた技術および機能表面をテーマ2~4の応用研究に提供することにより、テーマ間の有機的な連携を図り、表面技術に関する総合的な研究・教育拠点の形成を目指す。

「微細加工による新機能表面・構造の創成と応用」

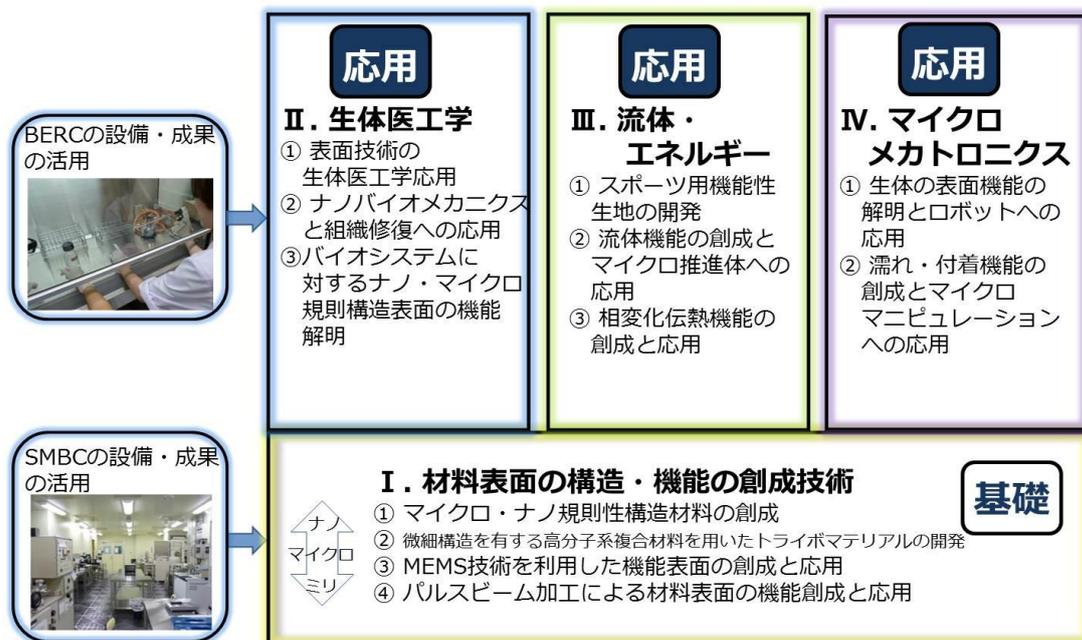


図1 FMSプロジェクトのテーマ構成

3. 研究体制

機能表面研究センター（FMS）の研究組織は、機械系教員および化学系教員を中心に、学内研究者 11 名、学外研究者 2 名で構成されている。活動場所は、先行プロジェクトに引き続き、八王子キャンパス 16 号館（MBSC 棟）1～3 階のクリーンルーム、実験室を利用する。

基礎研究では、これまでに成果を挙げてきた MEMS 技術、パルスビーム加工等によるトップダウンの手法、湿式プロセスに基づくボトムアップの手法などを利用して新規の機能表面・構造を開発し、応用研究のグループに技術の提供を行う。応用研究では、BERC で行ってきた医学部研究機関や各種企業との共同研究を進展させ、臨床応用や製品開発につながる研究を展開する。先行プロジェクトに比べて研究者の人数を絞っており、テーマ間の密な連携によりプロジェクトの一体感を高めていく。

本プロジェクトの研究設備は、学部・大学院での「マイクロ加工演習」などの教育、卒論、修論の研究に幅広く活用されている。企業出身の技術者を 2 名雇用しており、機器の保守や教育・研究支援の体制を整えている。また、今年度はポスドク 1 名を採用しており、次年度にはさらに R A 1 名を採用予定であり、若手研究者の育成に努めている。

本プロジェクトで得られた研究成果は、国内外の査読付き学術論文誌に積極的に投稿し、社会に還元するとともに、特許出願を奨励し、研究成果を産業に結びつけるよう努める。また、各種メディアへの発信、オープンキャンパスや地域の小中学生向けの「理科教室」等での施設公開など、学内外に向けた情報発信も積極的に行う。

4. 5 年間の計画

<25～27 年度> 先行の SMBC プロジェクトで導入されたマイクロ・ナノ加工設備、微細構造の評価装置の活用と、新たに成膜装置、表面形状計測装置、流体力、粘弾性などの評価装置の導入により、機能表面・構造に関する研究拠点の

整備を行う。研究報告会を年に 4 回程度開催するほか、基礎と応用のテーマ間で機能表面材料の提供や情報交換を頻繁に行うことにより、各テーマの有機的な連携を促進する。27 年度に中間報告会を開催して中間評価を受ける。

<28-29 年度> 27 年度までに整備された研究拠点を利用して各小テーマの研究を展開する。研究報告会を年に 4 回程度開催し、テーマ間の連携を促進する。また、学外の企業や医療系研究機関との共同研究を進め、実用に結びつく研究を展開する。基礎研究の成果は、ハンドブックの執筆などの形で広く学外に発信する。29 年度には最終報告会を開催して最終評価を受ける。

5. 2013 年度の活動

・ FMS 運営委員会

機能表面研究センター（FMS）の運営委員会を 4 回開催し、研究センターの運営、予算、機器の購入・管理、研究会や報告会の開催などについての議論を行った。

・ 研究会、講演会、成果報告会

学内の研究者、学生が参加する FMS 研究会を 3 回開催し、毎回 2 テーマずつ、テーマ紹介を兼ねたな話題提供を行い、活発な討論が行われた。

海外の研究者を招聘した講演会を 2 回開催した。

3 月には初年度の成果報告会を開催した。

・ 安全講習会

FMS の設備を使用する学生全員に対し、4 月に 3 回の安全講習会を実施し、機器の使用のルールと安全に関する講習を行った。学内外の 19 研究室から合計 203 名の参加があった。

・ 研究設備の導入

以下の研究設備を導入した。

形状測定レーザーマイクロスコープ、レーザードップラー流速計、流体力計測装置、熱線流速計、3D 加工装置

I. 新機能表面・構造創成のための基礎技術の体系化

1.1 マイクロ・ナノ規則性構造材料の創成 Fabrication of micro- and nano-ordered structures

阿相 英孝, 小野 幸子
Hidetaka ASOH and Sachiko ONO

Keywords: Micro- and nano-structures, Wet process, Chemical etching

1. プロジェクトにおけるテーマ1の位置づけ

マイクロ・ナノスケールにおける加工技術、構造制御技術、観察技術、評価技術等の進展にともない、固体表面に形成した微細構造によって様々な機能が発現することが明らかになってきた。また、表面改質やテクスチャリング等の様々な表面処理技術が発達し、種々の分野で表面機能の活用が進められている。しかし、各分野で独自の観点から研究が進められているものの、表面の構造と機能に関する体系的な理解には至っていない。そこでテーマ1(基礎技術の体系化)では、微細構造によって発現する表面機能とその加工技術に関する基礎的な学問・技術体系の構築を目的とする。

基礎技術では、前プロジェクトで得られた知見及び整備済みのマイクロ加工・評価装置を有効に活用し、ミリメートルからナノメートルに及ぶ表面微細構造の各種加工技術、表面の制御技術、設計技術、評価技術に関する研究を展開し、知識の整理・体系化を行う。また、それらの技術、知識を生体医工学分野(テーマ2)、流体・エネルギー分野(テーマ3)、マイクロメカトロニクス分野(テーマ4)の応用研究に展開し、表面技術に関する総合的な研究拠点の形成を目指す。

2. テーマ1.1の研究目的

これまでに構築したマイクロ・ナノスケールでの基板表面の構造制御技術、特に湿式プロセスに基づく規則的な表面構造の制御技術をさらに発展させる。本プロジェクトにおいて、微細構造によって発現する光学機能、トライボロジー機能、濡れ・付着機能などを制御すべく、他グループが必要とする各種表面機能を実現する微細構造の作製技術を開発する。

各種基板に対する、湿式プロセスをベースとした表面処理・加工の幅広い知識・技術を活用し、他テーマ担当者への材料提供、評価・計測面での技術提携が可能であり、研究テーマ2~4の応用研究に対して、機能性材料や加工法の提供、表面機能に関する情報交換を行い、研究テーマ間の有機的な連携を図る。表面機能の観点から他の課題を遂行する各分野の研究者と密接な連携をとることにより、表面機能の設計・制御に関する総合的な知識の整理と応用展開が飛躍的に進展することが期待される。2013年度は、シリコン(Si)と化合物半導体(GaAs)に対して、種々の化学エッチングを施し、作製した構造の濡れ性や電気特性について評価した。

3. 化学エッチングを施したシリコン表面の濡れ性に対する微細構造の効果

Si表面上にポーラスSiのような微細構造を形成すると反射率や濡れ性などの表面特性が変化する。ここでは、種々のエッチングによりSi表面に様々な微細構造を作製し、濡れ性と構造の関係に関する基礎データの収集を目的とした。

試料としてアセトン脱脂後、HFにて自然酸化皮膜除去をしたSi基板を用いた。試料に対して5wt% NaOH中でアルカリエッチングを行い、その後HFに浸漬することで水素終端化したSi凹凸構造を作製した。また、フォトリソ製ハニカムマスクを介してAuを用いた金属触媒エッチングを行い、ミクロン周期のホールアレイを作製した。さらに、ナノメートルオーダーのホール構造を作製するため、無電解析

出によるAgを用いた金属触媒エッチングを行った¹⁾。作製した試料は走査型電子顕微鏡(FE-SEM:JSM-6701F)を用いて表面観察し、接触角測定には全自動接触角計(DM-700)を用いた。

図1に種々の化学エッチングを施したSi表面のSEM像を示す。Si(100)面に対しアルカリエッチングを行うと異方性エッチングが進行しミクロンオーダーのピラミッド型構造体が形成される(図1a)。また、レジストマスクを介して金属触媒エッチングを行うと、マスク開口部の周期に依存したミクロンオーダーのホール構造が作製できた(図1b)。さらに、無電解析出でナノサイズのAg微粒子を不規則に析出させ化学エッチングをすることで、Si基板表面にナノポーラス構造を形成できた。しかし、基板表面において水平方向へもエッチングが進行したため表面は粗雑化した(図1c)。

図2に図1a-cに対応する試料の水接触角を示す。Si表面を覆う官能基が親水基(-OH)の時、接触角は45°で親水性を示すが、HFにより水素終端化(-H)した場合には75°と疎水性を示した(図2 Flat Si)。また、アルカリエッチングで作製したピラミッド型構造をHFで処理することで、接触角は83°となった(図2a)。これは、平滑面に比べて表面積が増加したことに起因する。サイズの異なるホール構造での接触角はマイクロホール構造で123°(図2b)、ナノホール構造では138°であった(図2c)。基板と水滴の接する面積を減らし、空気(空隙)の割合を高めることで、接触角が大きくなり、撥水性表面を形成したと言える。次年度も引き続き、静的接触角、動的接触角、転落角、転落加速度などから表面の微細構造と濡れ性の関係を総合的に評価・検証する。

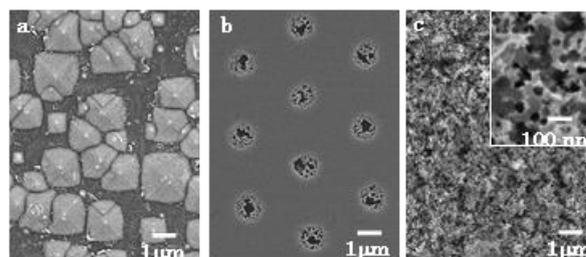


Fig. 1 SEM images of micro-/nanostructures formed on Si(100) by various etching. (a) in NaOH for 5 min at 90°C, (b) metal-assisted chemical etching for 10 min using Au and Ag catalyst, respectively.

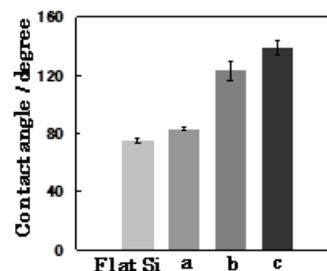


Fig. 2 Contact angle of Si substrate with different structures. All experimental conditions were the same as in the case of Fig. 1a-c.

4. 湿式エッチングによる GaAs ピラーアレイの構造制御と電子エミッタへの応用

簡便で大量生産に適したウェットプロセスを用いて、電気・電子特性に優れた半導体素子を作製することが期待されている。先端を急峻に尖らせた金属や半導体に電界を印加することで電子を放出させるフィールドエミッタは、エミッタ電極の先端形状や配置を最適化することで低電圧でも安定した電子放出が可能となる。ここでは、GaAs に湿式エッチングを適用し、ニードル状あるいはナノワイヤ状の微小電極アレイを作製し、電子エミッタとしての電気特性を評価した。

n-GaAs(111)B 基板上にフォトリソグラフィーを用いて周期 $3\ \mu\text{m}$ のレジスト製ハニカムマスクを作製した。 $2\ \text{mol dm}^{-3}\ \text{NH}_4\text{OH}$ - $1.2\ \text{mol dm}^{-3}\ \text{H}_2\text{O}_2$ 混合溶液でマスク開口部のみ選択的に化学エッチングし、逆三角錐型のエッチピットを作製した。その後 $1.7\ \text{mol dm}^{-3}\ \text{HCl}$ を用いて 10 分定電流電解 ($1\ \text{mA cm}^{-2}$) を施し GaAs ホールアレイを作製した。一方、マスクを用いずに GaAs 基板を $1.7\ \text{mol dm}^{-3}\ \text{H}_3\text{PO}_4$ - $0.17\ \text{mol dm}^{-3}\ \text{HCl}$ 混合溶液中で直接電解エッチングし、GaAs ナノワイヤを作製した。作製した微小電極の構造は走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察し、真空中において電子放出特性を評価した。

エッチピットを形成後、位置選択的に電解エッチングを行うことで、一辺が約 $200\ \text{nm}$ 、深さ約 $70\ \mu\text{m}$ の三角形状の孔が周期 $3\ \mu\text{m}$ で規則的に配列した GaAs ホールアレイを形成した^{2,3)}。その後 GaAs ホールアレイに対し、 NH_4OH - H_2O_2 混合溶液中で化学エッチングを施すことで基板水平方向への異方性エッチングにより孔壁が徐々に溶解し、隣接する孔同士が連結した。その後も孔壁の溶解は進行し、エッチング時間 3 分で、一辺が約 $1.5\ \mu\text{m}$ の三角柱状のピラーアレイ (周期 $3\ \mu\text{m}$) が得られた (図 3a)。エッチング 6.5 分においては、高さ約 $10\ \mu\text{m}$ で、先端がニードル状に尖った微小電極アレイが作製できた (図 3b)。しかしながらエッチング時間をさらに延長しても、ニードル先端部の角度は大きく変化せず、基板垂直方向にもエッチングが進行したためアスペクト比が減少した。一方、マスクを用いずに GaAs 基板を高電流密度 ($100\ \text{mA cm}^{-2}$) で 30 分アノードエッチングした場合、長さ約 $100\ \mu\text{m}$ 、直径約 $200\ \text{nm}$ 、アスペクト比約 500 のナノワイヤが密に集合した束 (バンドル) 構造が自発的に形成された。アノードエッチング後の試料に対して化学エッチングを施すと、エッチング時間の延長に伴いワイヤ径が減少し、エッチング時間 40 秒ではワイヤ径は約 $150\ \text{nm}$ となり、約 $100\ \mu\text{m}$ 間隔のバンドルアレイを形成した (図 3c)。図 4 に作製した微小電極アレイの電子放出特性を評価した結果を示す。ナノワイヤはニードルアレイと比べ、低い印加電圧においても高いエミッション電流が流れることから、電子放出特性が優れていることが分かった。これは、ナノワイヤのアスペクト比がニードルアレイ (約 23) より約 22 倍高いことによると考えられる。40 秒化学エッチングしバンドル化した試料 (図 3c) では、電子放出サイトの間隔が広く電界遮蔽効果が抑制されるため、最も低い電圧において安定した電子放出特性を示した。

5. 今後の研究計画

引き続きナノ構造材料の濡れ性や接着性に関して系統的な評価を実施する。さらには摩擦、磨耗、潤滑など基盤技術でありながら、学際的な位置づけが強い領域へもアプローチし、材料系と機械 (トライボロジー) 系の融合領域でも有益な実験データ、実験技術の蓄積を図りたい。

<参考文献>

- 1) H. Asoh, K. Fujihara and S. Ono, *Nanoscale Research Letters*, **8**, 410/1-410/8 (2013)
- 2) H. Asoh, S. Kotaka and S. Ono, *Electrochemistry Communications*, **13** (5), 458-461 (2011)
- 3) S. Ono, S. Kotaka and H. Asoh, *Electrochimica Acta*, **110**, 393-401 (2013)

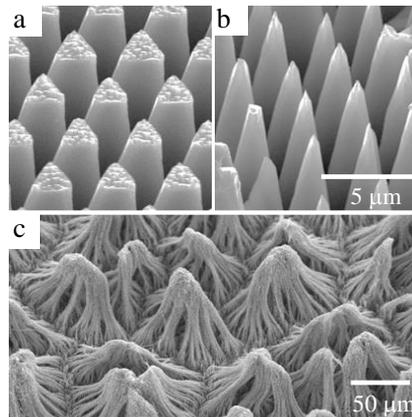


Fig. 3 SEM images of (a) GaAs pillar, (b) needle, (c) nanowire arrays formed by a combination of anodic etching and chemical etching.

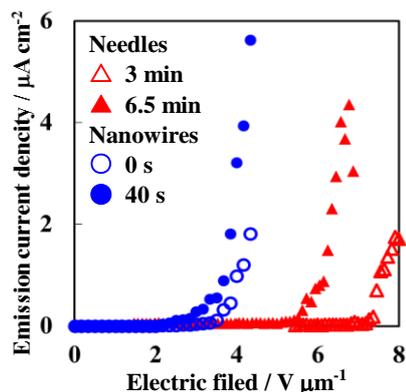


Fig. 4 Current density-electric field intensity curves of anodized GaAs with different structures.

査読付き論文

- 1) S. Ono, S. Kotaka and H. Asoh, Fabrication and structure modulation of high-aspect-ratio porous GaAs through anisotropic chemical etching, anodic etching, and anodic oxidation, *Electrochimica Acta*, **110**, 393-401 (2013)
- 2) H. Asoh, K. Fujihara and S. Ono, Sub-100-nm Ordered Silicon Hole Arrays by Metal-Assisted Chemical Etching, *Nanoscale Research Letters*, **8**, 410/1-410/8 (2013)
- 3) F. Rashidi, T. Masuda, H. Asoh and S. Ono, Metallographic Effects of Pure Aluminum on Properties of Nanoporous Anodic Alumina (NPAA), *Surface and Interface Analysis*, **45**, (10), 1490-1496 (2013)

解説

- 1) 小野幸子, 阿相英孝, アノード酸化ポーラスアルミナ皮膜を用いたシリコンのナノ構造制御 (解説), *表面技術*, **65** (1), 18-25 (2014)

学会発表

- 1) S. Ono and H. Asoh, Nano/Micropatterning of Semiconductor Substrates by Anisotropic Chemical Etching and Anodic Etching Combined with Sphere Photolithography (Invited lecture), The International Conference on Small Science (ICSS 2013), (Las Vegas, USA, 12/17, 2013)
- 2) H. Asoh and S. Ono, Micro- and Nanofabrication of III-V Semiconductors by Anodic Etching and Anisotropic Chemical Etching (Invited lecture), The 1st International Conference on Surface Engineering (ICSE2013), (Busan, Korea, 11/19, 2013) 他

1.2. 微細構造を有する高分子系複合材料を用いたトライボマテリアルの開発 Development of Tribomaterials using Polymer Matrix Composites with Microstructure

西谷 要介
Yosuke NISHITANI

Keywords: Tribomaterials, Polymer, Composites, Microstructure

1. 緒言

プラスチックをはじめとした高分子材料および高分子系複合材料は、金属材料等とは異なり、自己潤滑性の特徴を有するため、無潤滑下で使用できる利点があり、摺動部材（トライボマテリアル）として幅広く用いられている⁽¹⁾。しかしながら、最近では機械の小型・軽量・高機能化に伴い、更なる低摩擦化かつ耐摩耗性向上などの厳しい要求に対して、応えることができていないのが現状である。本研究では、低摩擦・耐摩耗性などの表面機能であるトライボロジー特性に優れ、かつ簡便な成形加工性や機械的性質などの他物性とも高度にバランスのとれた高分子系トライボマテリアルの開発を目的とし、ナノ・マイクロスケールの微細構造を有する高分子系複合材料の設計技術を構築し、それらを用いた高性能な高分子系トライボマテリアルを開発する。具体的には(1)材料設計による手法、(2)成形加工による手法、および(3)表面構造付与による手法の3つの事項を中心に検討し、それらの技術を組合せることでトライボロジー的性質だけでなく、他物性とも高度にバランスのとれた新規のトライボマテリアルを開発する。本研究により、高分子系複合材料の構造制御や表面機能に必要な基盤技術を体系的に構築することができ、トライボマテリアルに限らず、幅広い分野への応用が期待できるものである。

2. 材料設計による手法

トライボマテリアルとして高分子材料を用いる場合、そのままの単体で使用されることもあるが、多くの場合は何らかの手法により改質・改善して使用されるのが一般的である⁽¹⁾。その手法としては様々な手法があるが、工業的にも簡便かつコスト面にも優れているため、高分子材料ではフィラー充填による複合化や他の高分子との組み合わせによるポリマーブレンド化、またそれらの組合せなどによる方法が盛んに用いられている。この複合化およびポリマーブレンド化により、高分子材料は様々な内部構造が形成される。この内部構造と各種物性は密接に関係していることが知られており、各種性能を向上させるためには材料内部構造を適切に設計する必要がある⁽²⁾。また、複合化は異種材料との組合せであるため、フィラーと高分子材料の間には物理的な界面が存在し、何かしらの相互作用が働いており、その量と質が複合材料全体の物性を大きく左右するので表面処理などによる界面制御を行う必要がある。本研究では第一の手法として、表面処理技術を含めた複合化およびポリマーブレンド化技術などの材料設計による手法を用いた高分子系複合材料の構造と物性の関係を明らかにし、各種物性のバランスがとれたトライボマテリアルの開発を検討する。

本年度はサブミクロンオーダーの沈降性炭酸カルシウム (CaCO_3) をフィラーとし、ポリアミド6 (PA6) とポリプロピレン (PP) のポリマーブレンドをベースとした多成分系複合材料 (PA6/PP/ CaCO_3) の構造と物性、特にトライボロジー特性に及ぼす CaCO_3 の表面処理の影響を検討した結果を報告する。ただし、 CaCO_3 の表面処理としては、未処理 (Untreated)、マレイン酸 (MA)、脂肪酸処理 (FA)、

アルキルベンゼンスルホン酸 (LAS) およびアミノシラン (ASC) の計5種類を用い、 CaCO_3 の充填量は 5vol.% 固定とし、PA6/PP ブレンド比率を変化させたものである。Fig.2 に各種表面処理 CaCO_3 を 5vol.% 充填した PA6/PP/ CaCO_3 複合材料のトライボロジー特性を図1に示す。(a)図は摩擦係数および(b)図は比摩耗率とブレンド比率 (PP 添加量) の関係である。摩擦係数および比摩耗率ともに、ブレンド比率および表面処理の違いにより異なる挙動を示し、成分比ごとに最適な表面処理を選択しなければならないことが示唆される。このような理由としては、材料配合の違いにより材料内部構造が変化し、それに伴い強度をはじめとした材料物性も変化するためと考えられる。図2に PA6/PP/ CaCO_3 複合材料の破断面を SEM 観察した結果を示す。ただし、PA6/PP = 20/80 であり、PA6 が分散相 (島)、PP がマトリックス相 (海) となる。表面処理の違いにより PA6 分散相の粒径が異なることも注目されるが、 CaCO_3 の分散状態が大きく変化していることも特徴的である。表面未処理では CaCO_3 が PA6 中および界面に存在しているのに対し、MA では PA6 中のみに CaCO_3 が存在し、また LAS および ASC は同様に PA6 分散相中に CaCO_3 が存在するが特に PA6/PP 界面に集中的に存在している。一方、FA では、逆に PP マトリックス相のみに CaCO_3 が分散している。このようなモルフォロジーの変化と前述したトライボロジー特性では、残念ながら

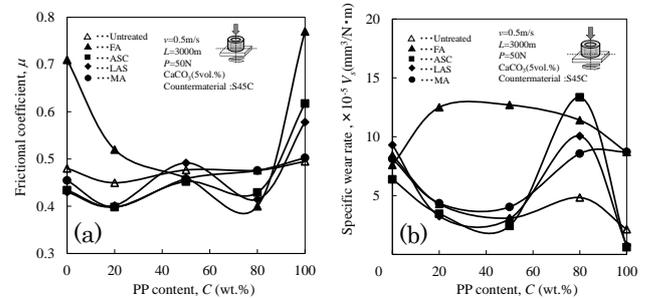


Fig.1 Tribological properties of various surface treated CaCO_3 filled PA6/PP composites. (a) Frictional coefficient and (b) Specific wear rate.

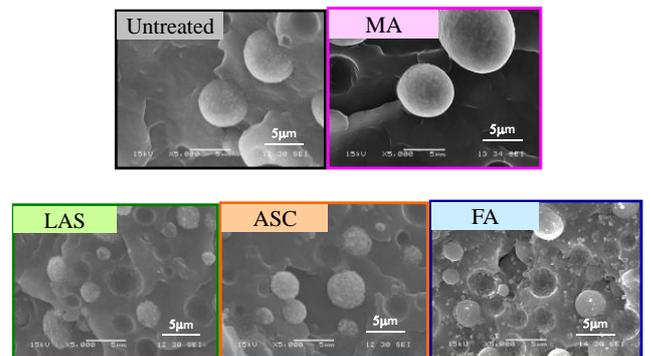


Fig.2 SEM photographs of fracture surface for various surface treated CaCO_3 filled PA6/PP (=20/80) composites

単純な関係は成立していない。しかしながら、表面処理の違いにより、ブレンド相の大きさだけでなく、フィラーの分散状態や存在場所も変化することで、多成分系高分子材料の物性を制御できることが示唆されている。

3. 成形加工による手法

前節で述べたような複合化とポリマーブレンド化を組み合わせることで創製する多成分系材料の場合、各種物性は成形加工の影響を強く受けることも予想される。なぜならば、同一材料の配合設計で多成分系複合材料を創製しても、熔融混練時の混練手順（材料投入手順）などによっても、材料の内部構造、例えば充填材の分散状態やブレンド分散相の形状・大きさなどが変化するためである。そこで、本研究での第二の手法として、成形加工による手法を用いた高分子系複合材料の構造と物性の関係を検討する。具体的には、PA6をマトリックス樹脂とし、マレイン酸変性スチレン-エチレン/ブチレン-スチレン・ブロックコポリマー（SEBS-g-MA）をブレンド材とし、フィラーに多層カーボンナノチューブ（CNT）の一種である気相成長炭素繊維（VGCF）を用いた多成分系複合材料（VGCF/PA6/SEBS-g-MA）を例にとり、二軸押出機による熔融混練時の材料投入手順（図3）が各種物性に及ぼす影響を検討したものである。材料投入手順としては4種類の方法を用い、A法はVGCF、PA6およびSEBS-g-MAを1段階で同時に混練する方法である。B法～D法は2段階調整法であり、B法はPA6とVGCFを混練してVGCF/PA6を調整した後にSEBS-g-MAを添加する方法、またC法はPA6/SEBS-g-MAを調整した後にVGCFを充填する方法、さらにD法はVGCF/SEBS-g-MAを調整した後にPA6を投入する方法である。これらの成形法の概略図を図3に示す。これらの材料投入手順がトライボロジー特性に及ぼす影響を検討した結果を図4に示す。ただし、(a)図は摩擦係数および(b)図は比摩耗率とVGCF充填量の関係であ

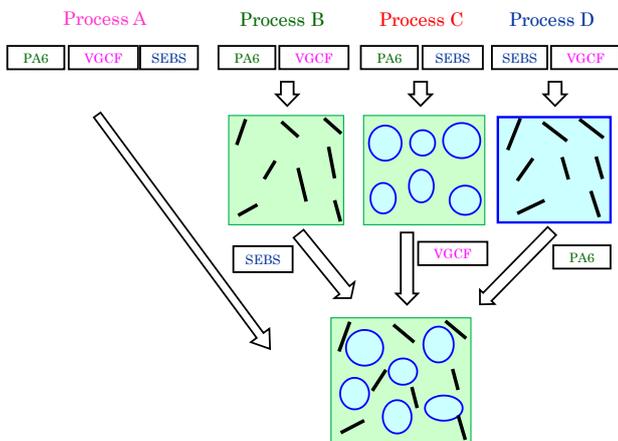


Fig.3 Schematic diagram of four kinds of processing method for VGCF/PA6/TPE composites.

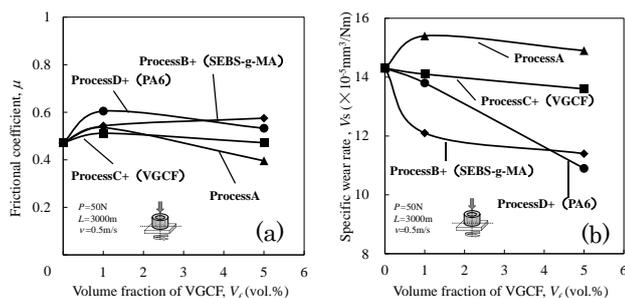


Fig.4 Influence of volume fraction of fiber on the various tribological properties of VGCF/PA6/TPE composites. (a)Frictional coefficient and (b) Specific wear rate

る。摩擦係数はVGCF充填量の増加に伴い材料投入手順の影響が現れてくるものの、あまり大きな変化は認められないが、比摩耗率については材料投入手順の影響が顕著に現れている。これらの結果から、成形加工による手法によっても材料内部構造が大きく変化していることが予想されるため、今後詳細なメカニズムの検討が必要である。

4. 表面構造付与による手法

材料表面に微細加工を施しトライボロジー特性を改善する試みが広く行われている⁽³⁾。近年MEMSをはじめとした微細加工技術の発展により、その技術の応用が高く期待されている。しかしながら、高分子材料表面への微細加工技術やそれを付与した構造物の表面機能、特にトライボロジー特性などは明らかになっていないのが現状である。本研究での第三の手法として、表面構造付与による手法を用いた高分子系複合材料のトライボロジー特性を検討する。具体的にはフェムト秒レーザーやナノインプリントなどの微細加工技術を高分子材料表面に施し、その表面機能を明らかにすることである。本年度は高分子材料にフェムト秒レーザーを用いたマイクロパターンの加工条件について検討した結果を報告する。図5はフェムト秒レーザーのレーザー出力を変化させ高分子材料（PA12E）にマイクロパターンを形成した例である。レーザー出力により溝形状や周囲部への影響が異なることがわかる。今後は、各種材料についての加工条件を選定するとともに、表面特性としてトライボロジー特性を評価していく予定である。

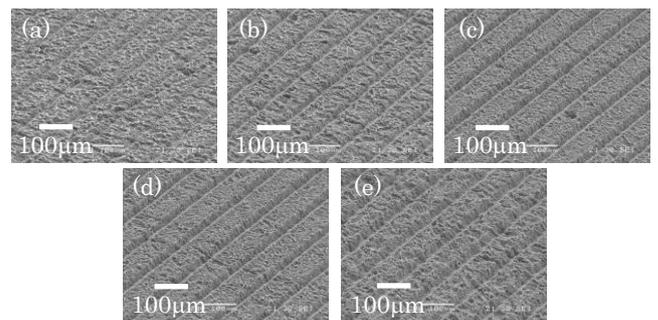


Fig.5 Micro-structured surface of polyamide12 elastomer using femtosecond laser.

5. 結言

- (1) CaCO₃ フィラー表面処理により材料内部構造を制御することができた。
- (2) 材料投入手順の違いによりトライボロジー特性を改質できることがわかった。
- (3) 高分子材料表面にマイクロパターンを形成するためのフェムト秒レーザー加工の条件の一部を明らかにした。

<参考文献>

- (1) 例えば、渡辺、関口、笠原、広中、高分子トライボマテリアル、共立出版（1990）。
- (2) Macosko, C.W., Macromol. Symp., 149, pp.171 (2000)
- (3) 例えば、トライボロジスト, 55(2), 2010

解説

- (1) 西谷, トライボマテリアル フィラー表面処理による高分子系複合材料のトライボロジー特性の改質, 月刊トライボロジー, 312, 2013, pp. 51-53.

学会発表

- (1) Yosuke Nishitani, Masanori Shitsukawa, Kazuki Yamamoto, Takeshi Kitano, Effect of the Surface Treatment of CaCO₃ on the Tribological Properties of PA6/PP/CaCO₃ Composites, Proceedings of 5th World Tribology Congress - WTC 2013, 2013, MT-358, Torino (Italy)

他 22 件。

1.3. MEMS 技術を利用した機能表面の創成と応用 Creation and Application of Functional Surfaces Using MEMS Technology

鈴木 健司
Kenji SUZUKI

Keywords: MEMS, Functional Surface, Microstructure, Electrowetting

1. 緒言

本テーマは、過去 10 年間の SMBC および BERC プロジェクトにより蓄積された MEMS を中心とするマイクロ加工技術を活用し、材料表面に微細加工を施すことにより、種々の機能を有する表面を創成することを目的とする。また、得られた表面に対して、濡れ性、付着性、流体抵抗、トライボロジー特性などの評価を行い、微細構造と各種機能の関係を明らかにし、表面機能を付与するための設計手法を構築する。さらに微細構造によるパッシブな機能にとどまらず、電界や磁界、光などのエネルギーの印加や、MEMS センサとの組み合わせによる表面機能のアクティブ制御を試み、新規のデバイスの開発と応用分野の開拓を行う。MEMS 技術を利用した表面微細構造の製作技術、各種機能表面の設計手法を構築することにより、他のテーマに対し開発した表面や技術の提供が可能になり、テーマ間の連携強化が期待できる。

今年度は、電圧の印加により材料表面の局所的な濡れ性を制御し、微小な液滴の輸送やハンドリングを行う EWOD (Electro Wetting on Dielectric)⁽¹⁾⁻⁽³⁾ と呼ばれる技術に着目し、液体の種類が液滴輸送性能に及ぼす影響を実験により調べたので報告する。

2. 液滴輸送の原理

EWOD を利用した液滴輸送の原理を図 1 に示す。液滴の下部の基板には、導体の電極層、絶縁層、撥水層が順に成膜されている。液滴の下の 2 つの電極間に電圧を印加すると、左右の電界の差により基板に平行な方向に静電力が働き液滴が移動する。液滴が 2 つの電極の中央に移動すると左右の静電力がつりあい、液滴は平衡状態に達して静止する。液滴を連続的に移動させるためには、基板上に多数の電極列を形成し、電極の間隔を液滴の幅の半分以下とし、電圧を印加する電極を順次切り替えていけばよい。今回の実験では連続する 3 枚の電極に同時に電圧を印加し、印加する電極を 1 枚ずつ移動するようにした。

3. デバイスの製作

製作したデバイスの構造を図 2 に示す。ガラス基板上に電極層の Cr をスパッタリングにより成膜し、フォトリソグラ

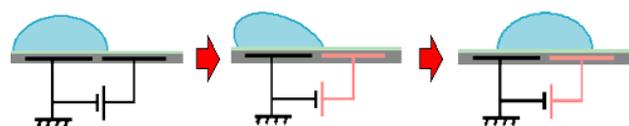


Fig.1 Principle of EWOD



Fig.2 Cross section of the EWOD device

フィにより電極を形成した。次に絶縁層のパリレン C を成膜し、撥水層の Teflon AF2400 を塗布した。

4. 液滴輸送実験

実験には、純水、食塩水、エタノール、シリコーンオイル (1cSt) を使用した。食塩水は生理食塩水 (0.9%), 5%, 10% の 3 種類を用いた。使用した液体の特性を表 1 に示す。

(1) 液量の最適化

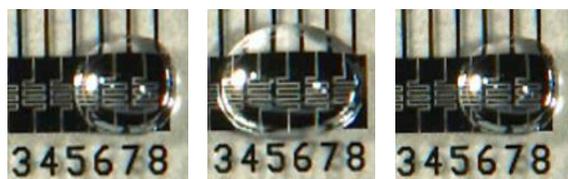
液体の種類により接触角が異なるため、接地面積および輸送に適した液量も変化する。輸送に最適な液量を調べるため、表面張力が高い純水、表面張力の低いエタノールを使用し、1 μ l, 3 μ l, 5 μ l で輸送実験を行った。その結果を表 2、接地面積の比較を図 3 に示す。純水は 1 μ l, 3 μ l, 5 μ l の全てで輸送が可能で 3 μ l が特に輸送しやすいという結果になったが、エタノールでは 1 μ l の場合にしか輸送できなかった。このことから純水や食塩水のような接触角の高い液体は、液量に対する接地面積が小さいので液量が多くても輸送が可能だが、エタノールやシリコーンオイルなどの接触角の低い液体は液量あたりの接地面積が大きくなるので少ない液量しか輸送できないと考えられる。本実験における電極のサイズは 0.5mm \times 1.5mm、電極ピッチは 0.53mm であり、電極 3 枚分程度 (1.5mm \times 1.5mm) の接地面積が最適という結果になった。以降の実験では、純水は 1 μ l と 3 μ l, 食塩水は 3 μ l, エタノールとシリコーンオイルは 1 μ l で行う。

Table1. Properties of liquid

| | electrical conductivity [S/m] | dielectric constant | surface tension [mN/m] |
|------------------------|-------------------------------|---------------------|------------------------|
| Pure water | 5.5×10^{-6} | 80 | 73 |
| Saline (0.9%, 5%, 10%) | 1.6~8.1 | 50~80 | 73~80 |
| Ethanol | 1.4×10^{-9} | 24.6 | 23 |
| Silicone oil (1cSt) | 1×10^{-12} | 2.7 | 21 |

Table2. Experimental results of transportation

| | Volume of liquid droplet [μ l] | | |
|------------|-------------------------------------|---|---|
| | 1 | 3 | 5 |
| Pure water | ○ | ◎ | ○ |
| Ethanol | ○ | × | × |



Pure water 3 μ l Ethanol 3 μ l Ethanol 1 μ l

Fig. 3 Difference in contact area

(2) 接触角の変化

デバイス上にそれぞれの液滴を滴下し、0V~250Vの範囲で電圧を50Vずつ変化させた際の接触角の変化を測定した。その結果を図4に示す。純水と食塩水(0.9%, 5%, 10%)は大きな差は見られなかった。また、純水や食塩水に比べエタノールとシリコンオイルの接触角の変化は少なかった。誘電率が高い液体ほど接触角が大きく変化するという結果は、EWODでの接触角の変化量を求める理論式(1)と一致する。ここで、 ϵ_0 は真空の誘電率、 ϵ は絶縁層の比誘電率、 V は印加電圧、 γ_L は液体の表面張力、 t は絶縁層の膜厚である。

$$\cos \theta = \cos \theta_0 + \frac{\epsilon_0 \epsilon V^2}{2\gamma_L t} \quad (1)$$

(3) 食塩水の輸送

純水と3種類の濃度の食塩水で輸送実験を行い輸送に必要な最低の電圧と輸送可能な最高の周波数の測定を行った。実験は電圧の測定時は周波数を10Hz、周波数の測定時は電圧を100Vに固定した状態で行った。その結果を図5に示す。

輸送に必要な最低電圧には、食塩水の濃度の影響は見られなかったが、輸送可能な最高の周波数は濃度が上昇するにつれて低下が見られた。また、濃度が高い食塩水では実験回数を重ねると徐々に輸送しにくくなる現象が見られた。これはデバイス表面が食塩により汚染されることが原因と考えられる。

(4) エタノールとシリコンオイルの輸送

純水、エタノール、シリコンオイルを用いて輸送実験を行い、輸送に必要な最低の電圧と輸送可能な最高の周波数の測定を行った。実験は電圧の測定時は周波数を10Hz、周波数の測定時は電圧を100Vに固定した状態で行った。その結果を表3に示す。純水とエタノールは輸送できたが、シリコンオイルはわずかに変形するのみで輸送できなかった。また純水はエタノールに比べて高い周波数での輸送が可能であった。

実験の結果と実験に使用した液体の主な特性を表4にまとめる。特性と輸送の成否から、電気伝導率、誘電率、初期接触角は輸送に影響があると考えられる。一方、表面張力、接触角の変化量はエタノールとシリコンオイルはどちらも小さい値で差も小さいが一方のみが輸送できることから輸送の成否に影響は少ないと考えられる。また、電気伝導率が 1.4×10^{-9} S/mの液体でも輸送できたことから、一般的に絶縁体と呼ばれている液体であっても条件次第でEWODによる輸送が可能であることがわかる。

Table3. Experimental results of ethanol and silicone oil transportation

| | Pure water | Ethanol | Silicone oil |
|------------------------|------------|---------|--------------|
| Maximum frequency [Hz] | 240 | 140 | — |
| Minimum voltage [V] | 65 | 60 | — |

Table4. Properties of liquid and experimental results

| | Transport | Electrical conductivity [S/m] | Dielectric constant | Initial contact angle [°] | Variation of contact angle [°] | Surface tension [mN/m] |
|------------------|-----------|-------------------------------|---------------------|---------------------------|--------------------------------|------------------------|
| Pure water | ○ | 5.5×10^{-6} | 80 | 120 | 40 | 73 |
| Saline 0.9,5,10% | ○ | 1.6~8.1 | 50~80 | 110~120 | 30~40 | 73~80 |
| Ethanol | ○ | 1.4×10^{-9} | 24.6 | 40 | 10 | 23 |
| Silicone oil | × | 1×10^{-12} | 2.7 | 20 | 10 | 21 |

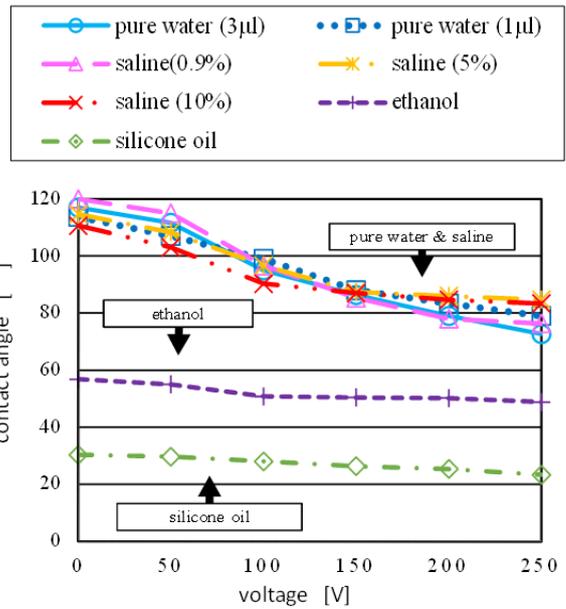


Fig.4 Variation of contact angle with applied voltage

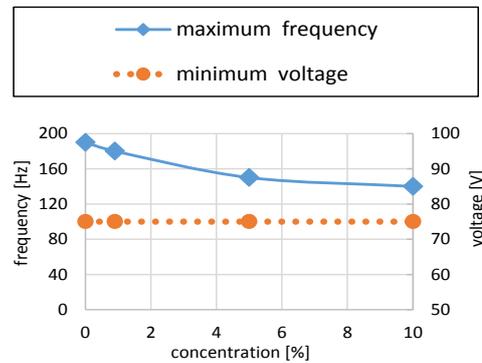


Fig. 5 Experimental results of saline transportation

5. 結言

EWOD デバイスにおいて液体の種類が輸送性能に及ぼす影響を調べ、以下の知見が得られた。

- (1) 適切な流量は液体の接触角によって変化し、デバイスとの接触面積が電極3個分程度となる量が輸送に適する。
- (2) 電気伝導率が 1×10^{-9} S/m、比誘電率が 24.6、初期接触角 40°以上の液体は輸送可能である。輸送の成否に対する液体の表面張力、接触角変化の影響は少ない。

<参考文献>

- (1) Chang-Jin Kim, et al., Journal of Microelectromechanical Systems, 12, 1 (2003) pp.70-80.
- (2) R. B. Fair, Microfluidics and Nanofluidics, 3 (2007) pp. 245-281.
- (3) K. Suzuki, et al., Journal of Advanced Mechanical Design Systems and Manufacturing, 4, 1 (2010) pp.365-372.

学会発表

- (1) 柳澤典男, 鈴木健司, 高信英明, 三浦宏文, エレクトロウエッティングを利用した液滴輸送の研究~液体の種類が液滴輸送に及ぼす影響~, 日本機械学会情報・知能・精密機器部門講演会 (IIP2014), 東京, 2014, H-1-3.
- (2) 谷優樹, 大家溪, 鈴木健司, 藤江裕道, フェムト秒レーザーによりチタン表面に形成したナノ周期構造の軟組織適合性, 日本材料科学会平成 25 年度学術講演大会, 2013. 他1件

1.4 パルスビーム加工による材料表面の機能創成と応用 Functional Creation and Application of Material Surface by Pulse Beam Machining

武沢 英樹
Hideki TAKWZAWA

Keywords : EDM, Micro-bubble, Surface roughness, Permanent Magnet, Surface Magnetic Flux Density

1. 緒言

高硬度材料の精密加工を得意とする放電加工は、絶縁液中で電極と工作物間にパルス電圧を印可し、微小な放電を繰り返すことで、材料を溶融除去する加工法である。非接触熱エネルギー加工であり、加工反力が小さいため微細加工への応用が広がっている。加工面は、微小な放電痕の累積で形成されており、放電条件を一定とすれば、ほぼ同様な除去量の放電痕形状が重なり合い、表面粗さもそれに従った値に落ちつく。その一方で、放電面には溶融部が飛散しきれずに残留した溶融再凝固層が存在する。加工材料にもよるが、鉄鋼材料では溶融部が急冷されることで加工面には引張り応力が残留し、クラックの原因ともなっている。このように、液中パルス放電加工では、加工面性状に幾つかの特徴を有している。金型に代表される現状のアプリケーションでは、デメリットとなる特徴もあるが、工夫を行うことで従来の加工法では実現できなかった面性状が創造できる可能性もある。

その一つに、マイクロバブルを混入させた加工液中での放電加工がある。混入気体を空気以外にも窒素など各種気体にすることで、極間の高温高圧状態で化学反応が進行し、加工面に各種化合物を生成できる可能性がある。粉末を圧縮した圧粉体電極を用いた放電表面処理が開発されているが、それに変わる手法になり得る。

その他放電加工は、従来の機械的な加工法では困難な材料でも形状加工が可能であり、最近では加工初期に工夫を施すことで非導電性材料も実績がある。絶縁性セラミックスがその代表であり、従来の研削面とは異なる加工面を得ることで、摺動特性など異なった特性が得られている。このように特殊な材料を放電加工することで材料表面に新たな機能を創成することが可能である。中でも、磁性材料は硬脆材料に加え磁力の影響から機械加工が困難な材料として知られている。形状加工が必要な場合は、着磁前の工程で研削加工により成形され、その後着磁される。ところが、非接触熱エネルギー加工である放電加工であれば、着磁後の磁石でも形状加工が可能である。さらに、磁石の磁力は温度依存性を有するため、放電加工による磁石内部温度の上昇により、形状と同時に磁力の変化も期待できる。その結果、従来加工では実現できなかった新たな磁石形状や磁束密度分布など新たな可能性も考えられる。

2. 研究目的

本研究では、放電加工に代表されるパルスビーム加工を用いた各種材料の表面機能の創成を目的としている。特に2つの項目に注目し研究を進める。1つは、マイクロバブルを混入させた加工液中での放電加工による加工面性状の向上と機能性膜の生成であり、もう1つは永久磁石に対する放電加工およびパルスレーザー照射による形状加工ならびに磁気特性の制御である。

前者は液中放電加工で重要な要素である気化爆発力への影響に注目している¹⁾。さらに、混入気体を空気以外にすることで、極間の高温・高圧中で化学反応が発生し、材料表面に機能性膜が生成することを期待している。後者は、機能性材料である永久磁石の形状と表面磁束密度を同時にあるいは個別に制御する手法の確立を目指している。表面機能に着目すれば、面性状に加え磁気パターンニングの創成も含まれており、従来手法では困難な表面機能の創成が期待される。

3. マイクロバブル混入放電加工

加工実験は、ソディック製の形彫放電加工機 AM3L を用いた。マイクロバブル混入加工液の効果を確かめるために、加工油および純水にマイクロバブルを混入し、未混入の加工液の加工特性と比較した。比較する加工特性は、加工速度、加工面粗さ (Ra)、単位時間当たりの放電回数、電極消耗率の4項目とした。マイクロバブルの生成にはアスプ製 MA5S を用いた。予備実験の結果、単に加工槽へマイクロバブル混入加工液を溜めるだけでは加工特性に有意な差が生じなかった。これは、マイクロバブルの直径が 50 μm 以下であるのに対して、放電加工の極間距離は数十 μm であるため、極間にマイクロバブルが効率よく存在していないためと考えた。そこで、加工液を電極中心から噴射させて直接極間に加工液を導入し加工を行った。工具電極には直径 10mm の銅電極に 1mm の噴射口を開けたものを、工作物は表面を研磨した S45C を使用した。放電条件は Table 1 に示す放電エネルギー

Table 1 Discharge conditions

| Electrode polarity | Discharge current | Pulse duration | Pulse interval | D.F. |
|--------------------|-------------------|-------------------|-------------------|------|
| (+), (-) | 20A | 200 μs | 200 μs | 50% |

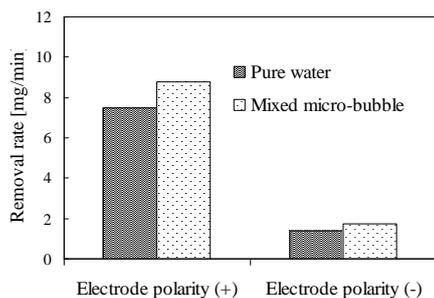


Fig.1 Machining removal rate (pure water)

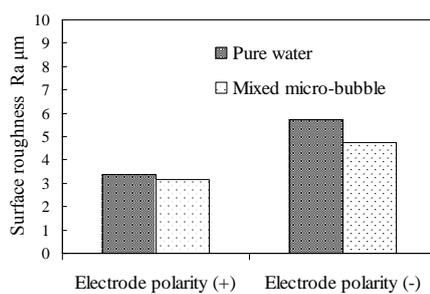


Fig.2 Surface roughness (pure water)

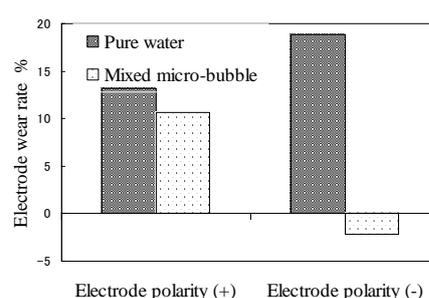


Fig.3 Electrode wear rate (pure water)

ぎの高い条件にて各加工液で電極極性を変えて 15 分の加工実験を 3 回行い、その加工特性を評価した。その結果、加工中にマイクロバブルを混入させても、未混入の加工特性と有意な差が生じなかった。今後、加工条件等を広げて再度確認する必要はあるが、粘性など純水との物性値の違いが影響していることが考えられる。一方、純水にマイクロバブルを混入させると、Fig.1~3 に示すように、両極性とも加工速度は向上し加工面粗さが良好になる傾向が確認された。通常の放電加工では両者は相反する傾向を示すが、どちらも改善されれば有益な手法となる。今後、加工メカニズムを含め詳細を検討していく。

4. 永久磁石に対する放電加工

加工対象には、磁力が強力なネオジウム磁石を用いた。磁性材料では、形状やその寸法に依存して、内部に反磁場と呼ばれる磁石表面に現れる磁場と反対向きの磁場が発生する²⁾。このため、表面磁束密度は磁石形状に依存し、形状が変化すれば磁束密度も変化する。そのため、着磁後の磁石を放電加工で形状加工を行えば、形状変化に伴う磁束密度の変化を得られる。加えて、熱エネルギー加工である放電加工により、磁石内部温度が上昇すれば、温度上昇に起因する磁力の低下が生じ、形状変化と合わせた複合的な磁束密度変化を示すと考えられる。そこで、はじめに突き当て加工により磁石高さが変化するのみの加工において、放電条件に起因する表面磁束密度の低下を調べた。

ネオジウム磁石は、直径 10mm、高さ 10mm の市販の磁石であり、Table 2 のような特性を示す。この磁石に対して、直径 11mm の銅電極を用い、磁石 N 極側から加工深さ指定 1mm の突き当て加工を行った。放電条件は、電極極性を (+) とし、Table 3 に示す 2 種類の条件で比較した。No.1 の条件は入力エネルギーの少ない低速加工の条件であり、No.2 の条件は入力エネルギーの大きな高速加工の条件である。加工後の加工面の表面磁束密度を、テスラメータ (カネテック製 TM-601) にて計測した。測定は、中央部一断面を 0.5mm ピッチで行った。

Fig.4 に、加工前および No.1、No.2 の条件で加工後、さらに高さ 9mm の未加工磁石の表面磁束密度の比較を示す。表面磁束密度は、全て N 極面を測定した。いずれの測定においても、直径 10mm の磁石の両脇は、端部の影響で磁束密度が低下している。高さ 10mm の加工前磁石の磁束密度は、実測で 480mT 程度であった。一方、No.1 の条件で 1mm 除去加工を行い、高さ 9mm になった磁石表面の磁束密度は、460mT 程度とわずかに減少する。ただしこの値は、高さ 9mm の未加工磁石の磁束密度とほぼ同等であり、磁石高さが 1mm 減少した影響であることがわかる。ところが、同じ高さ 1mm の除去加工であるにも関わらず、No.2 の放電条件で加工すると、加工後の磁束密度は 270mT 程度にまで

Table 2 Characteristics of Neodymium magnet

| Surface magnetic flux density | Density | Thermal Coefficient |
|-------------------------------|---------------------------|--------------------------------|
| 520mT | 7.3~7.5 g/cm ³ | -0.11~-0.12 %・°C ⁻¹ |
| Curie Temperature | Coercive Force(bHc) | Coercive Force(iHc) |
| 310°C | ≧859kA/m | ≧955kA/m |

Table 3 Discharge conditions

| | Discharge current (A) | Pulse duration (μs) | Pulse interval (μs) | D.F (%) |
|------|-----------------------|---------------------|---------------------|---------|
| No.1 | 5 | 32 | 32 | 50 |
| No.2 | 20 | 128 | 128 | 50 |

減少する。これより、No.2 の高速加工の条件で加工すると、磁石高さの低減に加え、放電加工されたことによる影響で磁束密度が大きく低減することがわかった。No.1 の条件では、磁石高さが低減したことによる変化のみで、放電加工による影響で磁束密度は低減しない。これより、No.2 の条件で表面磁束密度が大きく低減したのは、放電加工による磁石温度の上昇に起因する磁束密度の低下か、あるいは比較的大きなパルス電流が磁石に流れることで生じる磁界の影響によるものではないかと考えられる。今後は、磁石内部温度の測定などを含め、放電条件の違いによる磁束密度の変化のメカニズムを明らかとする。

5. まとめ

パルス熱エネルギー加工である放電加工を用いて、各種材料の表面機能の創成を目的に実験を進めた。2つのアプローチにより以下の結果を得た。

- (1) 純水にマイクロバブルを混入した加工液による放電加工では、電極極性によらずに加工速度が向上し、表面粗さも良好となる。
- (2) ネオジウム磁石の突き当て放電加工では、放電条件により加工後の表面磁束密度が変化することがわかった。これにより、放電条件により加工後の表面磁束密度を制御することが可能となる。

<参考文献>

- (1) Hideki TAKEZAWA et al., A Study on Single Discharge Machining with Low Melting Temperature Alloy, 15th International symposium for Electromachining (ISEM XV), pp.69-73(2007)
- (2) 佐川真人, 浜野正昭, 平林真 編, 永久磁石—材料科学と応用—, アグネ技術センター, p.77, 2007

査読付き論文

- (1) Hideki TAKEZAWA, Yoshihiro ICHIMURA, Nobuhiro YOKOTE, Naotake MOHRI, Change in Surface Magnetic Flux Density in EDM of Permanent Magnets, Procedia CIRP, Volume 6, 2013, pp.112-116

学会発表

- (1) Kiichi Suzuki, Hideki Takezawa and Naotake Mohri, Characteristics of Electrical Discharge Machining in a Working fluid mixed with Micro-bubbles, 5th International Conference of Asian Society for Precision Engineering and Nanotechnology, 2013
- (2) Nobuhiro Yokote, Hideki Takezawa and Naotake Mohri, Influence of external magnetic field on Permanent Magnet by EDM, 5th International Conference of Asian Society for Precision Engineering and Nanotechnology, 2013

その他 1 件

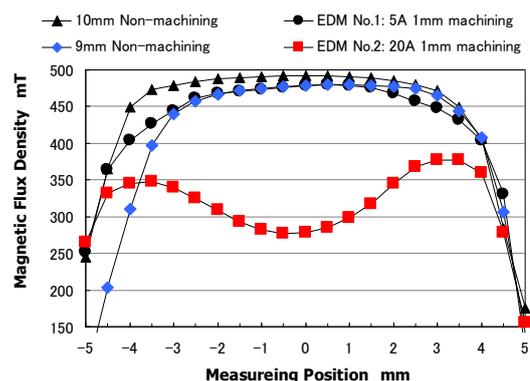


Fig.4 Change of magnetic flux density each conditions

II. 新機能表面・構造の生体医工学分野への応用

2.1. 表面技術の生体医工学応用 Application of Surface Technology to Biomedical Engineering

橋本 成広, 安田 利貴
Shigehiro HASHIMOTO, and Toshitaka YASUDA

Keywords : Micromachining, Biomedical engineering, Cell, Flow

1. 緒言

本研究では、細胞の挙動・組織の形成を観察するための *in vitro* 実験システムを構築する。生体医工学研究センターBERCの成果として得られた細胞培養流路⁽¹⁾を応用して、細胞のマイクロ流路内での挙動を解析する実験システムを構築する。毛細血管や、臓器、血管分岐などの血液流路を模した流路システムにおいて細胞の挙動を解析するシステム、細胞の配向・増殖・分化・組織化などへの力学刺激の影響を解析するシステムなどの開発を進める。細胞は足場に付着して増殖する性質を有するため、表面の親水性・疎水性の制御技術の開発の成果を、細胞の付着制御の技術へ応用するなど、他のテーマと連携して、本テーマの研究の推進を加速する。培養細胞の配向・増殖・分化・組織化を制御するための力学的刺激の方法がわかれば、再生医療における細胞の組織化の加速技術などに寄与することが見込まれる。マイクロ加工技術によって、細胞培養用のプレートの表面にマイクロメートルオーダーの凹凸パターンを設計し、また、表面加工技術を確立する。

2. 材料と方法

2.1 平行平板間流路試験

せん断流れに対する細胞の挙動を観察するために、平行平板間流路を作成した。ポリジメチルシロキサン平板に挟まれた厚さ 0.1 mm のシリコンゴムプレートに菱形の孔を空け、高さ 0.1 mm、幅 2 mm~4 mm、長さ 52 mm の流路を構成した。実験で使用した細胞は、正常ヒト臍帯静脈内皮細胞 (HUVEC)、マウス筋芽細胞 (C2C12)、マウス繊維芽細胞 (L929) である。培養液 (D-MEM) 中に分散された細胞を流路に導入して 24 時間培養し、細胞を流路壁面に付着させた。シリンジポンプによって培養液を一定の流量で吸引することにより、壁面に一定のせん断応力を発生させた。平行平板間の放物線状の速度分布を仮定し、壁面せん断速度と流体の粘性係数からせん断応力を算出した。流量を段階的に調節することによって、壁面せん断応力 (0.2 Pa~6 Pa) を変えながら、壁面に付着した細胞の挙動を光学顕微鏡で観察した (Fig.1)。また、光造形法 (Fig.2) によってポリジメチルシロキサン壁面に円柱 (Fig.3) や穴 (Fig.4) を設け、流れ下における細胞の変形・移動挙動を観察した。

2.2 持続流れ下培養

継続的に流れ刺激を加えながら細胞を培養するために、培養皿底面に密着させたポリジメチルシロキサン円板の周囲にドーナツ型の流路を構成した。この培養皿をシェーカーの上に載せて、シェーカーの動作によって、培養液が連続的に反時計回りに流れるようにした (Fig.5)。この装置をインキュベーター内に置いて、仔牛胎児血清 10% を含む D-MEM 中で細胞を 7 日間培養した。実験で使用した細胞は、HUVEC, C2C12, L929 である。

2.3 マイクロ凹凸上での培養

固体表面に縞状のマイクロ凹凸を施した足場上で細胞を培養し、細胞の配向を観察した (Fig.7)。

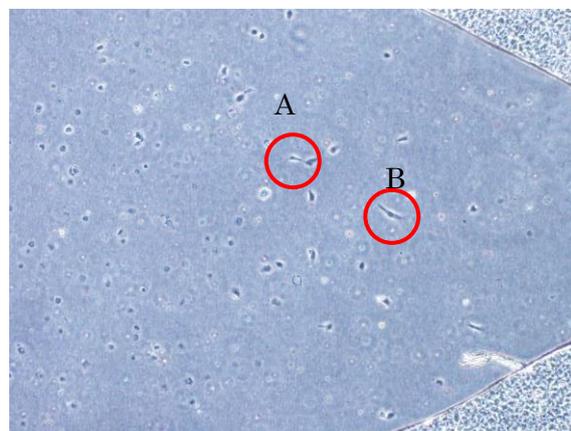


Fig.1 HUVEC during flow stimulation (wall shear stress of 1 Pa -3 Pa) to be exfoliated (A, B). Dimension from left to right is 2.0 mm

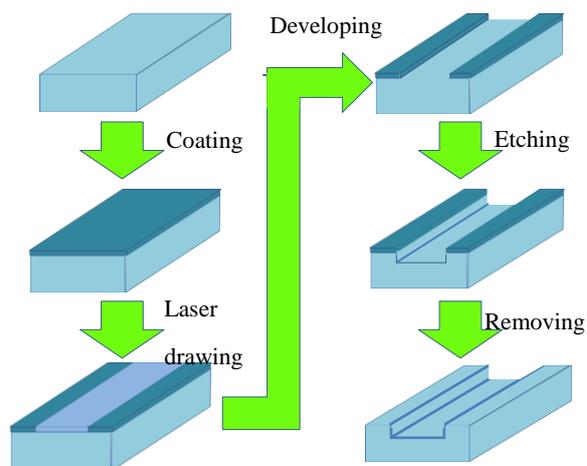


Fig.2 Photolithography

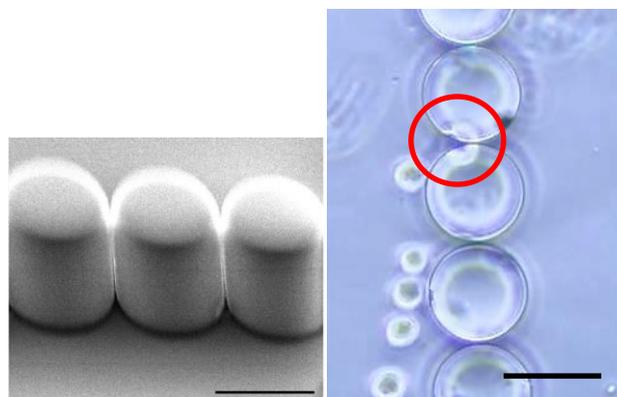


Fig.3 L929 flows from left to right through micro slits between micro columns. The bar shows 0.05 mm

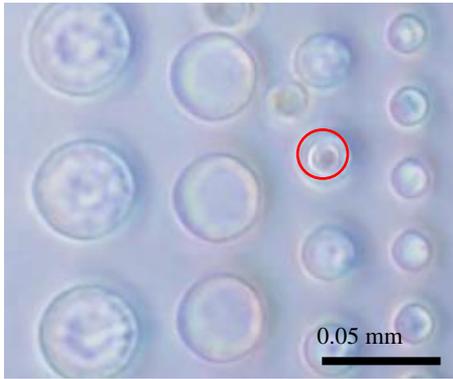


Fig.4 C2C12 is trapped in the hole. Flow from right to left ($1.4 \times 10^{-10} \text{ m}^3/\text{s}$)



Fig.5 Culture dish placed on shaker: counter clockwise flow

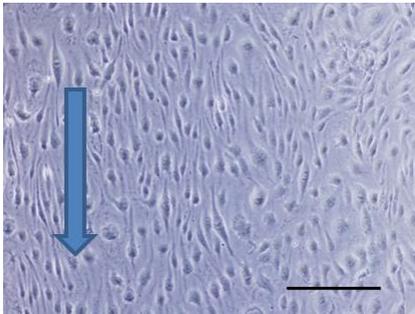


Fig.6 HUVEC cultured in flow for 6 days: arrow shows direction of flow. The bar shows 0.1 mm

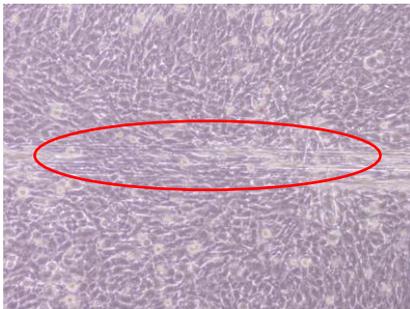


Fig.7 C2C12 near the multiple ridges after seven days of culture. Dimension from left to right is 1.0 mm

3. 結果および考察

平行平板間流路試験において、細胞の延伸、移動、剥離が観察された。持続流れ下培養において、流れによる細胞の剥離、流れの遅い中心側から周辺側への細胞付着の進行が観察された。HUVEC (Fig.6) は流れに沿った方向、C2C12, L929 は流れに対して垂直な方向に配向する傾向が観察された。せん断応力の高いところから細胞が剥離する様子が観察された。縞状のマイクロ凹凸の付近では、細胞の長軸が縞の方向に配向した (Fig.7)。

4. 結言

(1) 「マイクロ流体デバイス」を用いて、固体表面付近の流体せん断応力による細胞の変形・剥離を観察するシステムを開発した。

- (2) 細胞の変形能の観察を可能にするマイクロ隙間を開発した。
- (3) 壁面付近を移動する細胞を捕捉するマイクロ窪地の表面加工を実現した。
- (4) 持続流れ下培養装置を用い、流れ刺激が細胞の配向に影響を与えることを実験的に示した。
- (5) 固体表面に縞状のマイクロ凹凸を施した足場上で細胞を培養し、細胞の配向を実験的に示した。

<参考文献>

- (1) Sato, F., Hashimoto, S., Ooshima, T., Oya, K., Fujie, H. and Yasuda, T., *Proc. 16th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics*, 2 (2012) pp.103-108.

査読付き論文

- (1) Shigehiro Hashimoto, Motofumi Toda, Masa Mizobuchi, Takashi Kuromitsu, Simulation of Cell Group Formation Regulated by Coordination Number, Cell Cycle and Duplication Frequency, *Journal of Systemics, Cybernetics and Informatics*, Vol. 11(4), 2013, pp. 29-33.
- (2) Shigehiro Hashimoto, Keiji Tachibana, Effect of Magnetic Field on Adhesion of Muscle Cells to Culture Plate, *Journal of Systemics, Cybernetics and Informatics*, Vol. 11(4), 2013, pp. 7-12.
- (3) Shigehiro Hashimoto, Haruka Hino, Takeshi Iwagawa, Effect of Excess Gravitational Force on Cultured Myotubes in Vitro, *Journal of Systemics, Cybernetics and Informatics*, Vol. 11(3), 2013, pp. 50-57.

国際会議プロシーディングス (査読付き)

- (1) Shigehiro Hashimoto, Reona Nomoto, Shuhei Shimegi, Fumihiko Sato, Toshitaka Yasuda, Hiromichi Fujie, Micro Trap for Flowing Cell, *Proc. 17th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics*, Vol. 1, 2013, pp. 1-6.
- (2) Shigehiro Hashimoto, Tsutomu Horie, Fumihiko Sato, Toshitaka Yasuda, Hiromichi Fujie, Behavior of Cells through Micro Slit, *Proc. 17th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics*, Vol. 1, 2013, pp. 7-12.
- (3) Haruka Hino, Shigehiro Hashimoto, Masashi Ochiai, Hiromichi Fujie, Effect of Mechanical Stimulation on Orientation of Cultured Cell, *Proc. 17th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics*, Vol. 1, 2013, pp. 19-24.
- (4) Fumihiko Sato, Shigehiro Hashimoto, Toshitaka Yasuda, Hiromichi Fujie, Observation of Biological Cells in Rhombus Parallelepiped Flow Channel, *Proc. 17th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics*, Vol. 1, 2013, pp. 25-30.
- (5) Yoshinori Yaguchi, Shigehiro Hashimoto, Takahiro Minezaki, Haruka Hino, Hiromichi Fujie, Effect of Micro Ridges on Cell Culture, *Proc. 17th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics*, Vol. 1, 2013, pp. 34-39.

学会発表

- (1) Tsutomu Horie, Shigehiro Hashimoto, Fumihiko Sato, Haruka Hino, Yusuke Takahashi, Biological Cell Behavior in Micro Flow Channel, 19th Congress of the European Society of Biomechanics, 2013, Patras (Greece).

他 7 件。

2.2 ナノバイオメカニクスと組織修復への応用 Application of nanobiomechanics to tissue repair

藤江 裕道 (首都大学東京システムデザイン学部)
Hiromichi FUJIE (Tokyo Metropolitan University)

Key Words : Nanobiomechanics, Stem cell-based self-assembled tissue (scSAT), Femtosecond laser processing

1. 5年間の研究計画

平成 20~24 年度に工学院大学で実施された戦略的研究基盤創成支援事業 (BERC, 生体医工学研究センター) において、膝滑膜から採取した間葉系幹細胞 (Mesenchymal stem cells : MSCs) に細胞外基質を自己生成させて作製される組織 (Stem cell-based self-assembled tissue : scSAT)¹⁾ について研究が進められた。また、フェムト秒レーザー加工に関する研究が開始され、金属表面へのナノ周期構造加工が実現できるようになった。平成 25 年より同学で開始される戦略的研究基盤創成支援事業 (FMS, 新機能表面構造創成) では、これらの研究成果を基に、scSAT の生成を、フェムト秒レーザー加工により創成されるナノ周期構造上で行い、異方性を有する高強度 scSAT を創成することを目的とする。また、BERC における軟組織修復の研究において、組織内のコラーゲン線維構造の未熟さが問題となった。そこで、上記の scSAT 修復において、コラーゲン線維をスキヤフォールドとして用い、軟組織の構造再構築を図ることも目的とする。

2. 本年度の研究成果

2.1. はじめに

間葉系幹細胞から創成された scSAT は、組織修復能が高く、腱や靭帯の再生医療材料として期待されている。しかし、通常培養法で得られる scSAT は力学強度が低いという問題がある。この解決策として、MSCs による細胞外基質の生成を促進させて組織の強度を向上させることと、組織に腱や靭帯のような構造異方性を付与し、一方向への強度を高めることのふたつが考えられる。このふたつを同時に実現するためには、周期的な溝構造をもつ基板表面上で scSAT を作製することが有効である。これまでに、フェムト秒レーザーによりチタン表面に形成したナノ周期構造 (図 1) 上で MSCs を培養することにより、細胞の接着特性が向上し、細胞配向を制御できることがわかっている²⁾。一方、フェムト秒レーザー加工によるナノ周期構造は、加工条件により変化すると考えられる。そこで本研究では、フェムト秒レーザー加工におけるレーザーフルエンスや加工速度、レーザー出力などのパラメータを変化させ、チタン表面に加工されるナノ周期構造の形態の違いを調査した。さらに、加工表面形状の違いが MSCs の細胞接着特性におよぼす影響を調査した。

2.2. 実験方法

研磨紙で湿式研磨を施した直径 8 mm, 厚さ 1.5~2.0 mm の

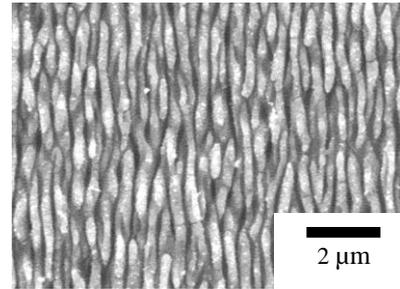


Fig.1 SEM image of nanoperiodic-structured titanium surface created by a femtosecond laser processing.

JIS2 種の工業用純チタンを試料とした。基本波長 780 nm のフェムト秒レーザー装置 (IFRIT, サイバーレーザ) を用いて、パルス時間幅 190 fs, レーザフルエンス 0.5 J/cm^2 , 走査速度を 50, 300, 600, および 1200 mm/min に変化させてナノ周期構造をチタン表面に形成した。以下、それぞれ結果を N50, N300, N600, N1200 と表記する。各試料表面を走査型電子顕微鏡 (JSM-6380LA, 日本電子) により観察し、画像解析ソフト (ImageJ, version 1.46, NIH) を用いて、得られた SEM 像からナノ周期構造のピッチを測定した。さらに、原子間力顕微鏡 (AFM, VN-8000, キーエンス) を用いて表面形状を計測し、溝の深さと表面粗さ (R_a) を測定した。

ヒト膝滑膜由来 MSCs を含む細胞群を、ナノ構造上に初期細胞密度 $3.0 \times 10^3 \text{ cells/cm}^2$ で播種し、1, 6, 24 時間培養した。それぞれを固定、脱水処理した後に、細胞接着の様子を SEM で観察した。SEM 像より、細胞の形態観察を行った。

2.3. 結果

形成したナノ周期構造のピッチ、深さ、粗さ (R_a) を示す (表 1)。走査速度の増加に伴い、ピッチが広くなり、溝が浅く、粗さの小さな表面が形成される傾向が示された。N50 は最もピッチが狭く、溝が深く粗い表面だった。N300 と N600 は、ピッチと粗さに有意差はなかったが、N300の方が N600 と比較して有意に深い溝を有していた。N1200 はピッチが他の試料と比較して有意に広く、さらに、溝が有意に浅く滑らかな表面だった。

培養 1 時間後、6 時間後、および 24 時間後の MSCs の観察像を示す (図 2)。溝方向は図の横方向である。培養 1 時間後において、N600, N1200 上の細胞は大きく伸展していた。培養 6 時間後において、N1200 上の細胞は紡錘型をしてい

た。培養 24 時間後において、すべての細胞が紡錘型をしていた。

Table 1 Pitch, depth, and roughness (R_a) of nano-processed specimen surfaces

| | Scan speed [mm/min] | Pitch [nm] (n=60) | Depth[nm] (n=20) | R_a [nm] (n=15) |
|-------|------------------------|----------------------|---------------------|----------------------|
| N50 | 50 | 331±51 | 126±46 | 43±9 |
| N300 | 300 | 498±75 | 92±37 | 40±6 |
| N600 | 600 | 506±49 | 75±35 | 32±4 |
| N1200 | 1200 | 540±54 | 55±23 | 27±4 |

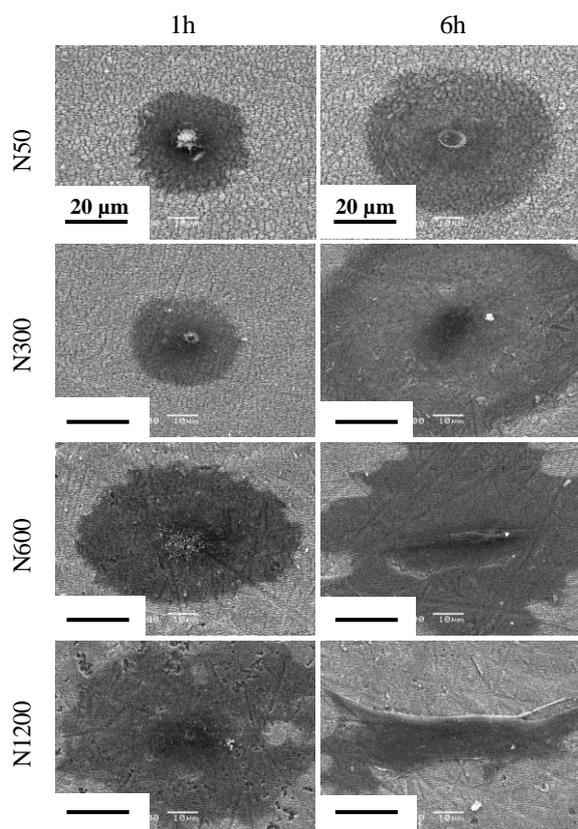


Fig.2 SEM images of cells cultured on various specimens cultured for 1, 6, and 24hs.

MSCs のアスペクト比は、播種 1 時間後および 6 時間後において、N300、N600 および N1200 の細胞は N50 と比較して有意に高く、培養 6 時間の時点で真円を意味する 1 の 2 倍以上であった (Fig.3) . MSCs の接着面積は、培養 1 時間後において、試料の違いによる有意な変化はなかったが、培養 6 時間後において、N1200 の細胞接着面積が最も大きかった。溝方向から±30°以内に配向する MSCs の割合は、N50、N300、N600 では 40% 程度だったのに対し、N1200 では 70% 以上であり、MSCs の異方性が強かった。

2.4. 考察・まとめ

チタン表面へのナノ周期構造形成において、レーザーの走査速度の増加とともにピッチが拡大し、溝深さが浅くなり、

粗さが減少した。したがって、フェムト秒レーザー加工におけるナノ周期構造表面の形成には、レーザーフルエンスの他に走査速度も加工表面形態に影響をおよぼす因子であることが示された。MSCs は基板に接着する前は球状であり、接着後、最初は等方的に伸展し、最終的に紡錘型になる。各試料上の MSCs のアスペクト比から、培養 1 時間後および 6 時間後の各試料上の細胞は、走査速度の増加に伴ってアスペクト比が有意に高かった。これらの結果から、フェムト秒レーザーの走査速度が大きい場合、ナノ周期構造は細胞の伸展を促進することが考えられる。一方、配向角度測定結果より、ナノ周期構造をもつすべてのチタン試料は細胞の配向を制御できることが示された。特に、N1200 は他の試料と比較して細胞の配向を最も促進する表面であることがわかった。N1200 は他の試料と比較して有意にピッチが広く、深さが浅く、さらに粗さが小さい表面であり、これらのパラメータが細胞配向に影響をおよぼしたと考えられる。

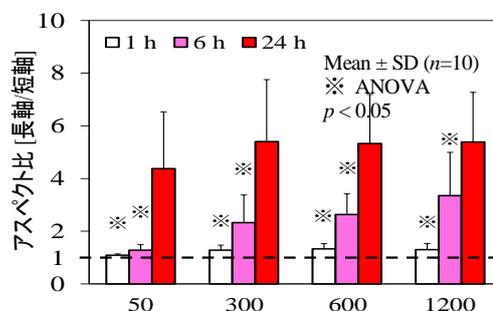


Fig.3 Aspect ratio of MSCs cultured on nano-processed surfaces for 1, 6, and 24 hs.

文 献

- 1) Ando W, Fujie H, Nakamura N, et al, Biomaterials 28, 2007, 5462-5470.
- 2) Oya K, Nakamura N., and Fujie H., et al, Jpn. J. Appl. Phys. 51, 2012, 125203.

査読付き論文

- (1) 大家 溪, 藤江裕道, 他, 培養表面のマイクロ周期構造が間葉系幹細胞自己生成組織の力学特性におよぼす影響, 材料の科学と工学 50(1), 2013, 34-39.
- (2) 望月翔太, 藤江裕道, 他, 膝関節軟骨の変性が動摩擦に及ぼす影響, 臨床バイオメカニクス 34, 2013, 427-432.
- (3) 今出久一郎, 藤江裕道, 関節軟骨表層の透水率が摩擦特性に及ぼす影響, 臨床バイオメカニクス 34, 2013, 441-445.
- (4) Fujie H, Nakamura N, Frictional properties of articular cartilage-like tissues repaired with a mesenchymal stem cell-based tissue engineered construct, Conf Proc IEEE Eng Med Biol Soc., 2013, 401-4.
- (5) Shimomura K, Fujie H, Nakamura N, Osteochondral repair using a scaffold-free tissue engineered construct derived from synovial MSCs and a hydroxyapatite-based artificial bone, Tissue Engineering, In press.

学会発表

- (1) Imade K, Fujie H, Effect of anisotropic permeability of the superficial layer on the frictional property in articular cartilage, Summer Bioengineering Conference (ASME), 2013, 14396. 他 20 件.

2.3 バイオシステムに対するナノ・マイクロ規則構造表面の機能解明 Functional role of Nano-/Micro-Ordered Structures on Micro-biosystem

小野 幸子, 阿相 英孝, アナワチ
Sachiko ONO, Hidetaka ASOH, and Anawati

Keywords : Nano-/Micro-ordered structures, Biomaterials, Hydroxyapatite, Biocompatibility

1. プロジェクトにおけるテーマ 2.3 の位置づけと目標

ナノメートル, マイクロメートルスケールでの基板の構造制御技術, 特に湿式プロセスに基づく規則的な表面構造の制御技術をさらに発展させ, 微細構造を制御した半導体基板や, 生体適合性の高度化が期待される金属基板上での細胞培養などバイオシステムへの応用を展開し, テーマ 1 での開発とも相まって, 要求された表面機能を実現する微細構造の作製技術を開発する。材料は, 半導体, 軽金属材料などの種々の材料への応用を展開すべく, 他のテーマとの連携を通じて, 技術・情報の共有を図る。

本テーマの展開においては, 各種基板の湿式プロセスによる表面処理・加工に関する幅広い知識・技術を活用し, 他テーマ担当者への材料提供も視野にいれる。生体物質や細胞表面との界面であるバイオナノインターフェースを高度に設計・制御することは重要な課題であり, 新たな足場材料, 生体材料, 革新的加工技術を必要としている再生医療, 組織工学の分野へ有益な知見をもたらすものと期待される。

平成 25 年度においては Al, Ti などの金属および半導体基板を加工対象として, 主に水溶液中でのアノード酸化処理で基板表面にナノメートルオーダーの孔を持つ酸化膜や周期構造を付与する。電解パラメータ (電流, 電圧, 時間など) の調整により, 固体表面の微細構造 (孔径, 孔周期, 皮膜厚さ, 組成など) を制御した細胞培養時の足場材料を作製し, 生体親和性を評価することを今年度の目標とした。

2. 細胞接着および増殖に及ぼす足場材料表面の微細構造の影響

老化や疾病, 事故などによって失われた人体機能の修復あるいは再建には多くの生体材料が用いられており, その用途に応じて金属, セラミックス, 高分子材料などが使い分けられている。中でも金属材料は優れた機械的特性から体内埋入部材の約 80 % を占めており, 生体適合性や生体機能性を付与するために様々な表面処理や表面改質が施されている。これまでも, 細胞の接着性および増殖性の制御因子の解明を目的として, チタニアナノチューブなどのナノポーラス材料上での細胞培養¹⁾により, 孔径 15 nm 程度のチタニアナノチューブ上で比較的良好な細胞接着および増殖性を示すことが報告されてきた。当研究室ではアノード酸化により形成した直管状の孔を持つポーラスアルミナ皮膜を足場材料として線維芽細胞を培養し, ポーラス皮膜におけるナノメートルオーダーの孔径, 膜厚, 表面粗さなどの構造因子が細胞の接着性および増殖性に影響を与えることを報告してきた^{2,3)}。本研究では, 種々のバルブ金属に対しアノード酸化を行うことでナノからミクロンオーダーで表面微細構造を制御した基板を作製し, 細胞培養により材料の細胞適合性を評価した。特に細胞の接着, 増殖および伸展形態と材料表面の濡れ性またはナノおよびミクロンスケールの表面構造因子といった細胞応答と材料の表面特性の相互的な関係の解明を目的とした。

次に構造制御したアノード酸化ポーラスアルミナ皮膜上での細胞培養について検討した。図 1 に作製したポーラス

アルミナ皮膜の代表的な表面および破断面 SEM 像を示す。生成電圧を調整することで孔径約 5 nm から 100 nm のポーラスアルミナ皮膜(膜厚 1 μm)を作製した。生成電圧の増加に伴い皮膜表面の凹凸は大きくなり, セルの三重点には針状の突起が観察された (図 1f, 矢印)。これら孔径の異なるポーラス皮膜上で 2 日培養した細胞の伸展形態を図 2 に示す。孔径 5 nm のポーラス皮膜上において, 細胞は組織培養皿(Control)上と同等の伸展形態を示した。

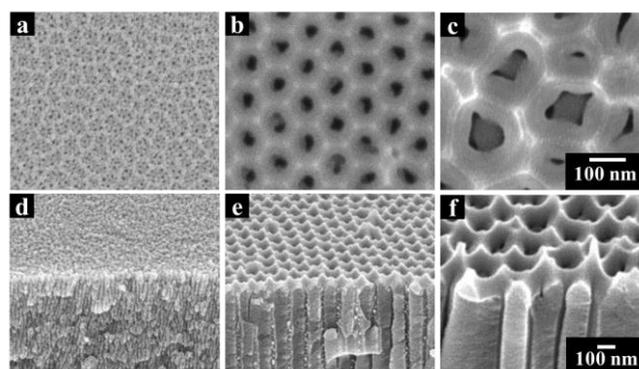


図 1 孔径の異なるポーラスアルミナ皮膜の(a-c)表面および(d-f)破断面 SEM 像 孔径 (生成電圧): (a, d)5 nm (5 V), (b, e) 40 nm (40 V), (c, f)100 nm (80 V)

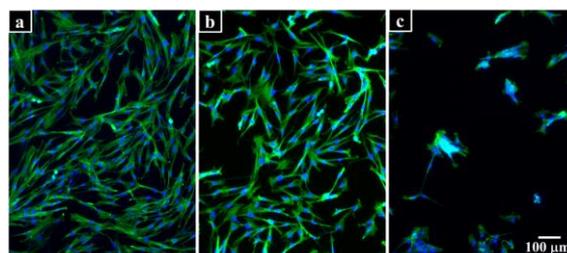


図 2 孔径の異なるポーラス皮膜上における TIG-1 細胞の伸展形態(培養 2 日目) (a) 孔径 5 nm, (b) 40 nm, (c) 100 nm.

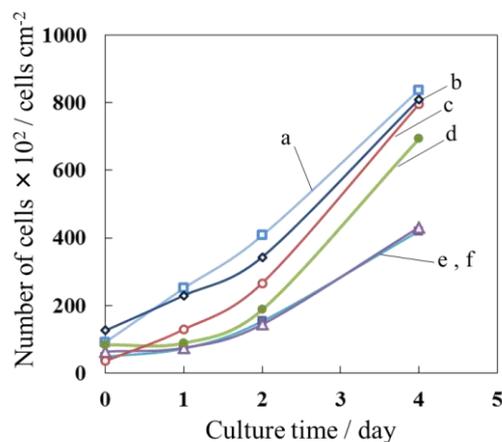


図 3 TIG-1 細胞の増殖性に及ぼす孔径の影響 (a) control dish, (b) 孔径 5 nm, (c) 40 nm, (d) 60 nm, (e) 80 nm, (f) 100 nm.

一方、孔径 100 nm の皮膜上では細胞はあまり伸展しておらず、細胞同士の凝集も観察された。孔径の・；異なる皮膜上で TIG-1 細胞を 4 日間培養した際の細胞増殖曲線を図 3 に示す。5 nm から 60 nm の孔径を持つ皮膜上においては比較的良好な増殖性を示したが、孔径が 80 nm 以上の場合では細胞の増殖率が低下した。ナノメートルオーダーの孔を持つ皮膜上においては孔径が小さい皮膜上で良好な細胞増殖性および伸展形態を示し、特に孔径 5 nm の微細孔上で組織培養皿と同等の細胞伸展形態および細胞増殖性を示した。このことから、足場材料表面の孔径 60 nm 以下の微細な孔が細胞増殖および細胞の伸展を促進する重要な因子であることがわかった。

3. アノード酸化で表面構造を制御したステンレス鋼の生体適合性評価

ステンレス鋼は表面に生成するクロム由来の不動態皮膜(自然酸化皮膜)により耐孔食性が高く体内埋入部材に適するが、ハイドロキシアパタイト(以下HAp)の形成能は低く表面処理での生体適合性の改善を要する。当研究室ではアノード電解を用いてステンレス上にポーラス構造を持つ数ミクロンの酸化皮膜を得ており、交互浸漬法(AIM)を行った際のHAp形成能の改善が期待できる。本研究ではSUS304と、より耐食性に優れたSUS316Lをアノード酸化し形成される基板表面の構造と組成の解析と、擬似体液(SBF)浸漬でのHAp形成能の評価を目的とした。

SUS304, SUS316L に対し硫酸単浴中でアノード電解を行うことで粒径10 nm 程度の粒状物質からなる孔径 20 nm のポーラス構造が形成された。一方、硫酸-過酸化水素混合液中でアノード電解することで粒径 10 nm 程度の粒状物質からなる膜厚 1.3 μm, 孔径 10 nm のポーラス構造が形成された。硫酸単浴で作製した構造体には酸素が検出されなかったことからポーラス金属であり、硫酸-過酸化水素混合液で作製した構造体はポーラス酸化皮膜であることがわかった。硫酸中に素地中のCr²⁺, Ni²⁺, Fe²⁺が活性溶解し過酸化水素によって酸化されることでCr 水酸化物に覆われた(Cr₂Fe)O₄の酸化物クラスターが堆積されるためポーラス酸化皮膜が生成すると考えられる。各表面構造に対してAIM およびSBF 浸漬処理したが、合金種によらずポーラス金属とAIM未処理のポーラス酸化皮膜ではSBF 浸漬でHAp析出が観察されなかった。ポーラス酸化皮膜ではAIMを10回以上行ったとき粒状のHApが析出した。ポーラス酸化皮膜を形成する粒状酸化物はポーラス金属を形成する粒状物質より微細で孔径が小さく孔が多かったことから、保持できる浸漬液の量が比較的多く反応量が大きくなるためと考えられる。SUS316L上に形成されたポーラス酸化皮膜へのHAp付与処理後の表面SEM像を図4に示す。AIM未処理の試料(a)をSBF浸漬してもHApは析出せず、結晶が析出した(b)。10回のAIM後に粒径100 nmの粒状、20回のAIM後には粒径150 nmの粒状のHAp(b, c)が析出し、加えてSBF浸漬を行うとAIM10回では粒状HApを覆う膜状(e)、AIM20回では表面全体を覆う網目状(f)のHApが析出した。ポーラス酸化皮膜ではAIMで付与した粒状のHApを核発生の場所としてSBF浸漬処理により膜状、網目状のHApが析出したと考えられる。よってAIMでのHApの付与がステンレスへの体親和性付与を可能にしたと言える。

4. マグネシウム合金への生体親和性の付与

Mgは高比強度で弾性率が生体骨に近いだけでなく、生体必須元素であることから生体内で分解しても安全性が高いことが予想される。これまでに、血管内ステントや骨固定材等の硬組織代替材料への応用が検討されてきたが、いずれの場合もMgの分解期間が短いことが示唆されている。そこで、表面処理により耐食性を改善した上で分解速度を制御するだけでなく、生体適合性を付与することを試みた。今年度の

研究によりマグネシウム表面をあらかじめNaOH浸漬などのアルカリ処理をすることで、SBF中でのHAp析出が大幅に改善されることを見出した。

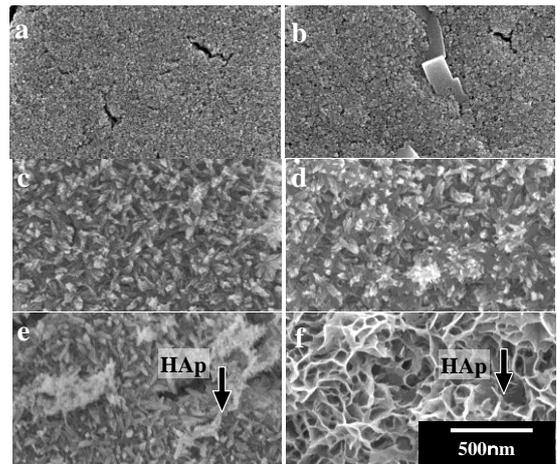


図4 SUS316L上ポーラス酸化皮膜のアパタイト付与後の表面SEM像 a) 処理なし b) SBF浸漬 c) AIM10回 d) AIM10回+SBF浸漬 e) AIM20回 f) AIM20回+SBF浸漬

5. 今後の研究計画

種々の金属および半導体表面に付与したナノ・マイクロ規則構造がバイオ材料として機能を発現する原理の解明を目指して今後も系統的な評価を実施する。特に細胞の接着、増殖および伸展形態と材料表面の濡れ性またはナノおよびミクロンスケールの表面構造因子といった細胞応答と材料の表面特性の相互的な関係の解明の進展を期したい。

6. 平成25年度業績リスト

査読付き論文

- 1) S. Ono, S. Kotaka and H. Asoh, Fabrication and structure modulation of high-aspect-ratio porous GaAs through anisotropic chemical etching, anodic etching, and anodic oxidation, *Electrochimica Acta*, 110, 393-401 (2013)
- 2) H. Asoh, K. Fujihara and S. Ono, Sub-100-nm Ordered Silicon Hole Arrays by Metal-Assisted Chemical Etching, *Nanoscale Research Letters*, 8, 410/1-410/8 (2013)
- 3) Y. Sato, H. Asoh and S. Ono, Effects of Electrolyte Species and Their Combination on Film Structures and Dielectric Properties of Crystalline Anodic Alumina Films Formed by Two-step Anodization, *Materials Transactions*, 54, (10), 1993-1999 (2013)
- 4) K. Tateishi, H. Ogino, A. Waki, T. Ohishi, M. Murakami, H. Asoh and S. Ono, Anodization Behavior of Aluminum in Ionic Liquids with a Small Amount of Water, *Electrochemistry*, 81, (6), 440-447 (2013)
- 5) F. Rashidi, T. Masuda, H. Asoh and S. Ono, Metallographic Effects of Pure Aluminum on Properties of Nanoporous Anodic Alumina (NPAA), *Surface and Interface Analysis*, 45, (10), 1490-1496 (2013)

解説論文

- 1) 小野幸子, 阿相英孝, アノード酸化ポーラスアルミナ皮膜を用いたシリコンのナノ構造制御(解説), *表面技術*, 65 (1), 18-25 (2014)

学会発表

- 国際会議講演 10 件 (内招待講演 4 件)
国内会議講演 23 件 (内招待講演 4 件)

Ⅲ. 新機能表面・構造の流体・エネルギー分野への応用

スポーツ用機能性生地の開発

Development of the functional fabrics for sports

伊藤 慎一郎, 水野 明哲
Shinichiro ITO, Akisato MIZUNO

Dept. of Mechanical Engineering, Kogakuin University

Key Words : Fabrics, Drag reduction, Sports wear

1. 結 言

レーザーレーサーに代表される低抵抗競泳水着の登場は記憶に新しい。レーザーレーサーとはイギリスの SPEEDO 社が開発した低抵抗の競泳水着であり、2008 年に発表されたこの水着を着用した選手が次々と世界記録を更新し話題となった。この水着生地は超撥水布地とポリウレタンフィルムを張り付けたフィルム素材部分よりなり、その効果は摩擦抵抗の減少と、締付けにより圧力抵抗の軽減とによるものであった。さらに布地の縫製においても超音波溶着という手法を用いて水着表面には殆ど凹凸が存在していなかった。これらの抵抗軽減措置によりこの低抵抗水着は機能していた。

しかし 2010 年 1 月に世界水連 (FINA) により水着に使用できる布地は「繊維を織る・編む・紡ぐという工程でのみ加工された素材」に限定されることとなり、ポリウレタンフィルム等の合成素材は使用できなくなり、レーザーレーサーは事実上、公式な大会での使用は禁止となった。

しかし、レーザーレーサーが世界に与えた影響は大きい。着ることによりタイム短縮を可能であることが分かったのである。これにより流体分野を中心として様々な研究が進められた。Luth ら¹⁾は他のスポーツへの応用としての低抵抗布地の開発を行っている。

本研究では布地の素材、表面加工の粗度の違い、縫製の違い等による流体力抵抗の変化を観察・考察し、あるスポーツにおいての速度域で最良な布地を提案することを目的とする。

2. 実験方法

2.1 抵抗試験 抵抗には形状による圧力抵抗と表面摩擦による摩擦抵抗の 2 種類がある。流れの様態によって変化する圧力抵抗に関しては真球、円柱を過ぎる一様流の実験において、レイノルズ数(Re 数)を増加していくと抗力係数が急激に減少するドラッグクライシスという現象が知られている。Achenbach²⁾は無回転球に対

する風洞実験を行い、ドラッグクライシスが発生する Re 数(臨界 Re 数)が約 3×10^5 である事を示した。また、球に粗度を与える事で臨界 Re 数が低くなる事を見出した³⁾。この仕組みを利用して布地の微細な変化を抵抗変化として把握が可能である。この圧力抵抗は速度の二乗に比例する。一方、摩擦抵抗も表面の粗度に関係し、速度の大きさに比例する。

工学院大学流体工学実験室設置の 380×380 の矩形断面を有する低乱流風洞を用いて、風速を 6~30m/s まで 1m/s ごとに変化させることでレイノルズ数を変化させ、供試布地を巻いた φ114 の塩ビパイプ円筒の流体抵抗を計測した。Fig. 1 には圧力抵抗を計測する鉛直支持型実験装置の様子を、Fig. 2 には摩擦抵抗を計測するコブラ型実験装置を示す。

摩擦抵抗計測においては布地を張り付けた円筒のみの摩擦を計測するためにセッティング治具のテア抵抗を除去することで布地の摩擦抵抗を計測した。

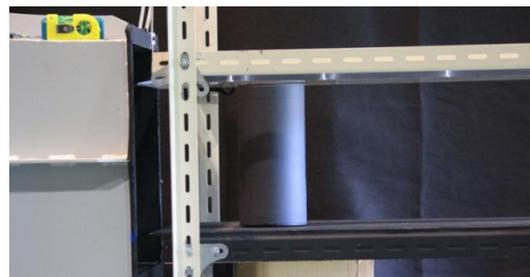


Fig.1 Pressure drag measurement system

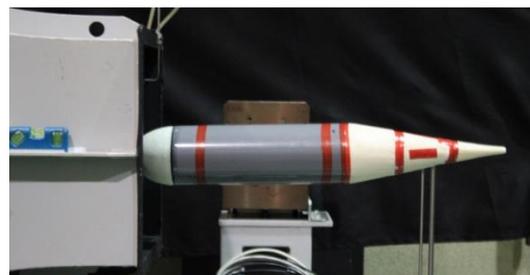


Fig.2 Friction drag measurement system

2.2 供試布地と縫製 某線維メーカーより提供された表面粗度、折り目の細かさの異なる布地を用いた。また同一布地であっても縫製の違いにより変化する抵抗を計測した。

3. 実験結果および考察

3.1 圧力抵抗係数 C_D 滑面である塩ビパイプの素地そのものでは、実験装置の速度域ではドラッグクライシスを迎えてはいないが、布地の粗度によって早いものでは $Re=0.4 \times 10^5$ のエリアからドラッグクライシスが発生していることが分かる。これは Re 数が高まる連れて、すなわち速度が速まるにつれて層流境界層が乱流境界層に遷移し、それに伴って剥離ポイントが後方にずれ、 C_D 値の変化が Re の低い領域で起こったものである。臨界後の C_D 値は表面の粗度によって徐々に上がっていく様子が見られた。

3.2 摩擦抵抗係数 C_f 滑面である塩ビパイプの素地が最も低い値を示した。a で示す布地以外は速度が上がるにつれて緩やかに上がっていく様子分かる。a は比較的粗度の高い布地であったが、特異な粗度形状によるためか逆に下がっていた。摩擦抵抗は層流境界層から乱流境界層に遷移するに従って大きくなる。滑面に近い粗度の生地 C_f は低く、粗度により乱流境界層へ遷移する生地 C_f は高いことが分かる。また摩擦抵抗に関しては Re 数影響は大きくないことも分かった。

3.3 縫製の違い 圧力抵抗は剥離ポイントの違いにより変化することは前述に述べたとおりであるが、Fig.5 に示すような縫い目を利用することで強制的に乱流遷移を発生させ、抗力を減らす試みを行った。縫い目位置は一定とし、縫い目形状によって変化する抗力を図5に示す。低い Re 数においてドラッグクライシスが発生し、そのままの低抵抗を保っていることが分かる。剥離ポイントを固定させる効果のある縫い目形状があることが分かる。

5. 結言

布地生地の抵抗について下記の知見を得た。

- (1) 圧力抵抗計測では、表面の粗い布地においてドラッグクライシスを確認した。表面加工の違いによっても異なることを確認した。
- (2) 摩擦抵抗計測では逆に表面の粗い布地は抵抗値が大きくなる。立体構造のものは特に摩擦抵抗が大きい。
- (3) 圧力抵抗を減じさせる効果のある縫い目が存在することを確認した。

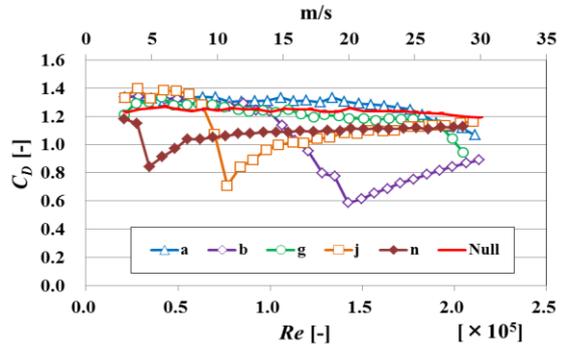


Fig. 3 Pressure drag coefficient

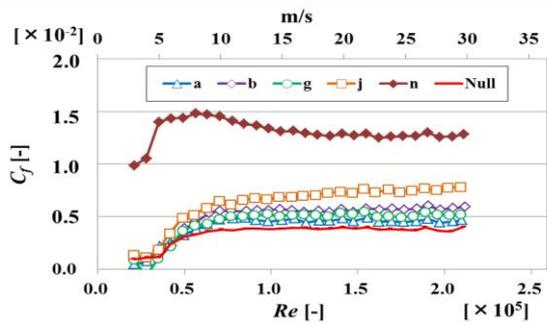


Fig. 4 Skin friction drag coefficient



Fig. 5 Seam of fabrics

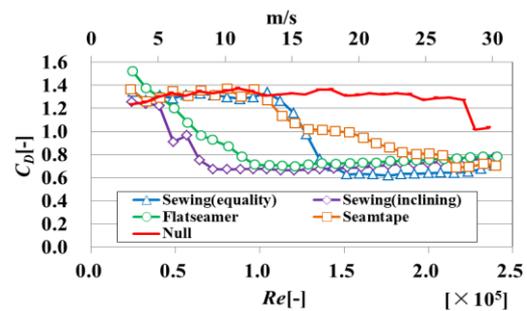


Fig. 5 Differences of pressure drag among the differenseams

文 献

- (1) S.Luth and L. Oggiano, L. M. Bardal, C. Saeter, L. Saetran, Dynamic measurements and drag crisis hysteresis in garment aerodynamics, Procedia Engineering 60 (2013) 99~105
- (2) E.Achenbach: Experiments on the flow past spheres at very high Reynolds numbers, J. Fluid Mech. 54, (1972), pp.565-575.
- (3) E.Achenbach: The effects of surface roughness and tunnel blockage on the flow past spheres, J. Fluid Mech. 65, (1974), pp.113-125.

3.2 気泡の運動により生成されるシンセティックジェットの流動特性 Flow Characteristics of Synthetic Jet Produced by Bubble Motion

佐藤 光太郎, 横田 和彦, 武沢 英樹

Kotaro SATO, Kazuhiko YOKOTA and Hideki TAKAZAWA

Key Words : Synthetic Jet, Bubble, Electric Discharge, Stroke, Onset Condition

1. 諸言

シンセティックジェットは連続噴流の代替として期待が高まっている。従来、連続噴流の生成には部品点数が多いファンやブローアが用いられてきたが、シンセティックジェットは比較的構造が簡単で小型化・軽量化に適しているスピーカやダイアフラム等を利用したアクチュエータが主流である。また、最近では翼の境界層制御などを目的としてプラズマ方式によるシンセティックジェット・アクチュエータ[1]が考案されている。しかし、いずれの方式においてもジェットの詳細な発生条件や発生メカニズム、流動特性には今なお不明な点が少なくない他、大きな運動量を得ることが難しいなどの課題も多く残されている。さらに将来予想される幅広い分野からの要求に応えるためには多様な原理によるジェット生成方法の確立が不可欠である。

本研究では、液中放電で発生する気泡の非線形振動を利用したシンセティックジェット・アクチュエータを提案し、機械的駆動部を極力排除したマイクロシンセティックジェット生成を目指す。本報では試作したシンセティックジェット・アクチュエータ内部で生成される放電気泡の振動特性について調べるとともに生成されたシンセティックジェットの挙動観察を行う。これまでの報告でシンセティックジェットの発生は無次元ストロークに大きく依存することが明らかになっていることから、無次元ストロークと噴流構造との関係について検討を行った。

2. 実験装置及び方法

本研究で用いた電源回路はコンデンサに電荷を充電する充電回路部と放電パルス信号を発生させる放電回路部からなる。パルス幅及び連続放電時の放電周期はFETのゲート信号に入力されるFunction generator(F/G)からの出力により決定される。極間の電圧測定には周波数帯域DC~25MHz、最高サンプリングレート100MS/sのDigital Oscilloscope(PDS5022S:OWON社製)を用いた。また、放電電流は放電回路と絶縁して測定可能なCurrent Monitor(Model110:PERSON社製)を用い、その出力(10A/1V)をOscilloscopeに取り込んだ。気泡及びジェットの観察には高速度カメラ(Photron FASTCAM-MAXI20)により撮影[2]を行った。また、本実験で使用したシンセティックジェット・アクチュエータをFig.1に示す。

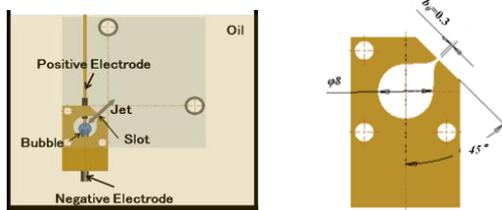


Fig.2 Schematic of a synthetic jet generator

放電加工の分野では、印加電圧100~200Vの場合、電極間距離が数~十数 μm で絶縁破壊が起こることが知られている。このため、例えば形彫放電加工機ではサーボ機構を用いて放電で除去された分に相当する送り込みを行い、連続放電を実現している。しかし、本実験装置では一層の小型化を実現するためサーボ機構を使わずに、加工液中に金属粉を混入することで連続放電を目指した。加工液中にSi粉を混入することで放電頻度が上昇するという報告[3][4]があることから、本研究では加工液にSi粉およびAl粉を混入し実験を行った。

Nomenclature

t: time [s] f: discharge frequency [Hz]
 t_p : pulse duration [μs] R: bubble radius [mm]
 I_p : discharge current [A] R_m : maximum bubble radius [mm]
 R^* : Dimensionless number of bubble radius = R/R_m

3. 結果及び考察

Fig.2に灯油系放電加工液中の放電確率に及ぼすSi, Al濃度の影響を示す。放電周波数は $f=100, 200, 400, 800\text{Hz}$ である。なお、全ての条件で初期電極間距離は $50\mu\text{m}$ に設定して実験を行った。本図から加工液中にSi粉, Al粉を混入することで放電確率が向上していることが確認できる。ところで条件によってはSi及びAl濃度が30%を超えると、放電確率が低下している様子が伺える。これは金属粉濃度が大きくなると加工液はスラリー状になることから、気泡の運動が緩慢になり、放電周期が短い場合に電極間が気相で占められたことに起因すると思われる。

Fig.3に放電電気条件 $I_p=50, 25\text{A}$, $t_p=250, 50\mu\text{s}$ に対するアクチュエータ内部での気泡の半径の時間的変化を示す。なお、Rayleigh-Plessetの式[5]の計算結果を参考のため示す。いずれの条件でも気泡が成長し、その後崩壊しており、アクチュエータ内でシンセティックジェット生成に必要な体積変動が生じていることが推察される。ただし、本条件では気泡の運動特性に対してパルス幅が大きいため、いずれも気泡崩壊時間が延び、Rayleigh気泡の運動周期の4倍以上となっている。

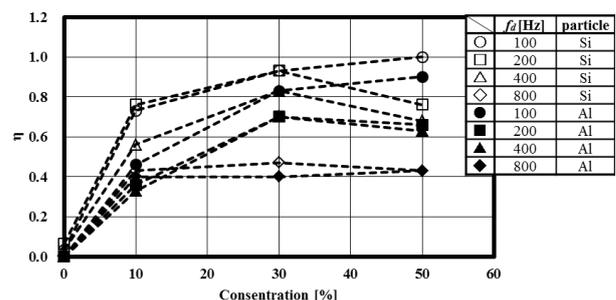


Fig.1 Probability of electric discharge

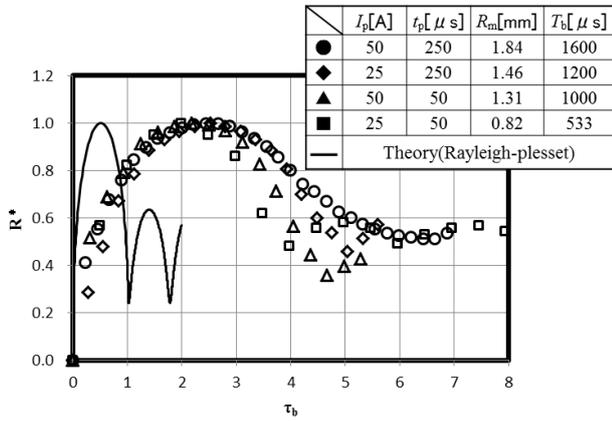


Fig.3 Oscillation of a bubble produced by single discharge in the actuator

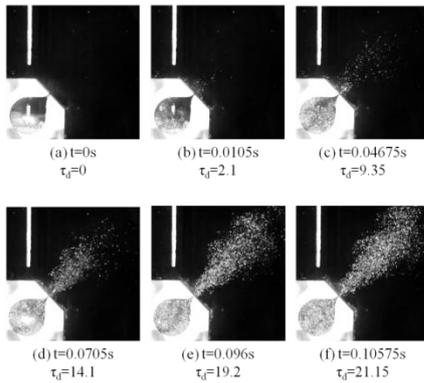


Fig.4 Sequential magnified photographs of synthetic jet using bubbles ($K=15.48$, $Re=674$, $\tau_c=0.37$)

Fig.4 は気泡の非線形振動により形成されるシンセティックジェットの過渡的挙動の高速度撮影例である。 $\tau_d=0$ の放電開始から気泡は生成される。放電電気条件は、 $I_p=50A$, $t_p=250\mu s$, $fd=200Hz$ である。本図では気泡生成と同時に Al 粒子がアクチュエータ内部から噴出するため時間経過とともに下流に平均流が形成されていく様子が確認できる。

高速度カメラの画像で Al 粒子を追跡することで算出した噴流先端速度を Fig.5 に示す。なお、粒子の軌跡から算出しているため、シンセティックジェットであってもノズル出口速度は 0 にはなっていない。本実験条件範囲ではノズル近傍での速度は放電電気条件の電流値 I_p (50A, 25A) に依存するものの $x/b_0 \geq 20$ では顕著な違いは認められない。しかし、データ数が少なく詳細については今後の課題である。

4. 結言

液中放電により生成される気泡の非線形振動を利用したシンセティックジェット・アクチュエータの開発を行い、アクチュエータ内部で生成された気泡及び形成されたジェットの噴流構造について調べた主な結果を以下に示す。

- (1) 加工液中の放電確率に及ぼす Si, Al 濃度の影響を示した。
- (2) アクチュエータ内部に生成された気泡の運動特性を示し、ノズル出口流速の時間変化を見積もった。
- (3) 放電気泡により生成されたシンセティックジェットの過渡的挙動を観察し、金属粒子の移動距離から過渡的な噴流速度の検討を行った。

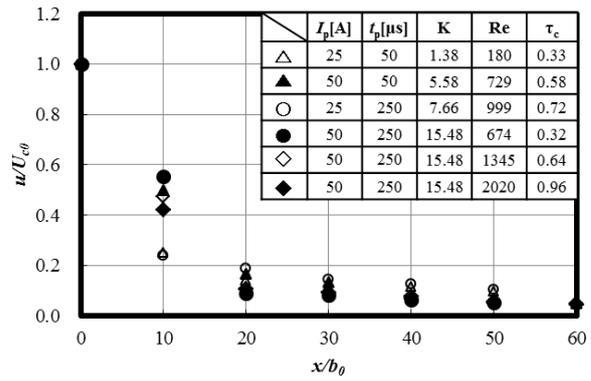


Fig.5 Variations of tangent jet velocity at center

5. 参考文献

- [1] 小河原ほか：プラズマシンセティックジェットアクチュエータによる翼まわりの流れ制御，日本機械学会論文集 b 編 Vol.69, No.686, (2003), p.2237
- [2] 柳田ほか：低融点合金を用いた単発放電に関する研究(第 10 報)，2006 年度電気加工学会全国大会講演論文集
- [3] 毛利ほか：粉末混入加工液による放電仕上げ加工，電気加工学会誌，Vol.25, No.49, (1991)
- [4] 武沢ほか：粉末混入放電加工における混入粉末と極間現象の関係，精密加工学会春季大会講演論文集(2008)，pp.361-362
- [5] 加藤洋治：キャビテーション(増補版)，槇書店，(1990)
- [6] Holman, R et al., AIAA Journal, Vol.43, No.10, (2005), pp.2110-2116

査読付き論文

- (1) 工藤正規，中沢孝則，高橋政行，佐藤光太郎，西部光一，旋回流発生器に生じる不安定流れの制御，日本混相流学会誌「混相流」，掲載決定

国際学会発表 (査読付も含む)

- (1) Masanori KUDO, Koichi NISHIBE, Masayuki TAKAHASHI, Kotaro SATO, Yoshinobu TSUJIMOTO, Study on Flow Characteristics Downstream of Annular Inlet Guide Vanes, ASME 2013 Fluids Engineering Division Summer Meeting, July7-11, 2013, Incline Village, NEVADA, 2013
- (2) Yuhei ITO, Akira HIWATA, Kotaro SATO, Fundamental study on oil mist separation in swirl flow, ASME 2013 Fluids Engineering Division Summer Meeting, July7-11, 2013, Incline Village, NEVADA, 2013
- (3) Koichi Nishibe, Kotaro Sato, Hideki Takezawa, Donghyuk Kang, Kazuhiko Yokota, Investigation on a synthetic jet actuator using bubble produced by electric discharge, Int. Conf. on Jets, Wakes and Separated Flows September, Nagoya, 2013
- (4) Masanori Kudo, Masayuki Takahashi, Kotaro Sato, Donghyuk Kang, Kazuhiko Yokota, Control of Flow Instabilities Induced between Two Parallel discs, Int. Conf. on Jets, Wakes and Separated Flows September, Nagoya, 2013

他 2 件

3.3. 表面微細加工技術を利用した相変化伝熱機能の創成と応用 ～微細加工による相変化伝熱の向上化と制御～ —凝縮熱伝達に及ぼす各種表面金属薄膜の影響—

Creation and Application of Phase-Change Heat Transfer by using MEMS Technology ～Enhancement and Control of Phase-Change Heat Transfer by MEMS Technology～ —Condensation Heat Transfer on Micro Structured Surfaces—

大竹 浩靖 (工・機械工学科)
 Hiroyasu Ohtake

Keywords: Condensation, Drop-wise Condensation, Film-wise Condensation, MEMS, Sputtering

1. 緒言

熱流体工学，とりわけ，相変化を伴う熱流動と表面性状とのかかわりは深い。沸騰は，加熱面上に存在する傷等に予め捕獲された気相が，気液界面での熱的平衡条件が崩れ，蒸気泡へと成長する。また，凝縮においても，冷却面の濡れ性により膜状凝縮または滴状凝縮になり，滴状凝縮の熱移動能力は膜状凝縮に比ベ十数倍も高い⁽¹⁾。つまり，表面性状により，相変化伝熱の熱移動能力の向上化や熱制御が可能となる。本研究は，MEMS 技術を利用し，伝熱面表面に，マイクロおよびナノメートルオーダーの加工を施し，傷の寸法や，表面の濡れ性を制御することで相変化を伴う熱流動の向上化と制御を図ることを目的とする。

凝縮伝熱については，滴状凝縮による高い熱伝達を得ることを目的とし，凝縮面へ凝縮促進剤(プロモータ)の塗布や金メッキを施すなど，冷却面の表面性状を変化させる手法が数多くとられてきた⁽²⁾。しかしながら実用上，滴状凝縮は10,000時間程度継続することが必要とされるものの，一般的にどの手法も長時間滴状凝縮を持続させることに成功していない，それ故，工業上，主として膜状凝縮が利用される。

一方，近年の MEMS(Micro Electro Mechanical System)技術の発達により，表面構造の物理的性状を変化させることが可能となった⁽³⁾。すなわち，MEMS 技術が，滴状凝縮実用化の一手法と成り得る。本研究ではその一例として，スパッタリング加工を用いて，金属表面薄膜が凝縮熱伝達に及ぼす影響を検討した。特に，各種金属材のスパッタリング加工を施した凝縮面で凝縮実験を行い，各種表面金属薄膜が凝縮熱伝達に及ぼす定性的な影響，すなわち滴状凝縮が達成されるか否か(膜状凝縮か)を実験的に調べるとともに，凝縮熱伝達率の定量化も検討した。

2. 実験装置および手順

実験装置の概略図を Fig. 1 に示す。実験装置は，凝縮容器，水蒸気供給系統，真空排気系統から構成されている。凝縮容器は完全密封構造である。冷却部である銅ブロックは二つに分かれており高熱伝導率タイプの両面テープで接着されている。凝縮面を含む先端部はφ15mm，長さ20mmである。銅は凝縮容器側面より挿入され，冷却には端面に取り付けたペルチェ素子を用いた。このペルチェ素子放熱部の冷却には冷却水を用いる。蒸気はボイラーから供給しており，供給水には純水を用いた。

凝縮テスト部は純度99.96%の銅製で，形状を Fig. 2 に示す。銅ブロックには10mm間隔でK型シース熱電対が挿入されており，測定値と校正直線から表面温度及び凝縮面での熱流束を1次元のフーリエの式を利用して求める。またテスト部はテフロン材で断熱されている。実験手順は，凝縮容器から不

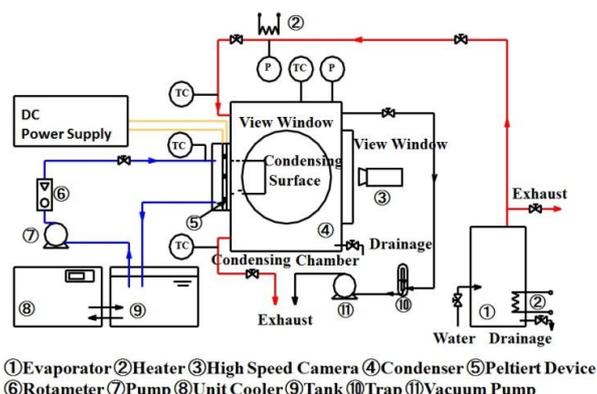


Fig. 1 Experimental apparatus

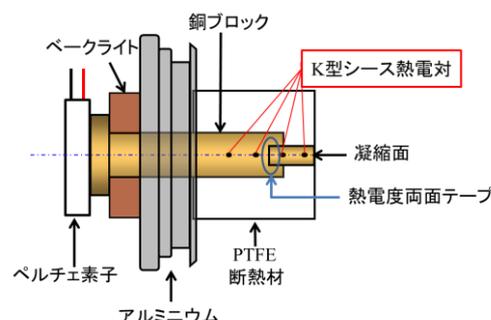


Fig. 2 Test Section

凝縮性ガスを真空ポンプで十分除去した後，試験流体である飽和水蒸気を流入圧力一定のもと凝縮容器に流入させる。

この時，流入した蒸気が凝縮面上方に噴出し，凝縮面周囲の不凝縮ガスを吹き飛ばすように流入口(約5m/sの蒸気流)を設置。以上の準備が整った後，銅ブロックの冷却を開始する。実験中，蒸気は継続的に供給し，凝縮容器内圧力が0.1MPaに保たれるよう，余剰蒸気は排気弁を通して排気する。容器内圧力と温度はブルドン管圧力計およびK型熱電対にて計測を行う。実験は20時間程度継続(6時間の実験後，再度の実験)し，凝縮面の様子は凝縮容器側面にある観察窓から1時間ごとに高速度カメラにて撮影を行う。実験条件である凝縮面の表面性状は5000番の耐水紙やすりで磨き，鏡面に仕上げた銅ブロック表面およびこの面にCrとTiのスパッタリング加工を施した各種金属薄膜面である。

3. 膜状凝縮に関する理論式

実験より得られた凝縮伝達率を比較，そして確認を行うために，代表的なNusseltの膜状理論式を円形鉛直凝縮面用に補正したO'NeillとWestwaterの式を以下に示す。 k_f は熱伝達率 $[W/m^2K]$ ， ρ_f は密度 $[kg/m^3]$ ， g は重力加速度， h_{fg} は凝縮潜

熱[kJ/kg], L は凝縮面代表長さ[m], μ_f は粘性係数[Pa·s], T_g は蒸気温度[K], T_w は凝縮面温度[K]を示す。添え字 f は凝縮液膜, g は蒸気を示す。

$$\bar{h} = 0.83404 \left[\frac{k_f^3 \rho_f^2 g h_{fg}}{L \mu_f (T_g - T_w)} \right]^{1/4} \quad (1)$$

4. 実験結果および考察

Fig. 3 に実験開始直後および 20 時間程度実験を続けた後の凝縮面の様子を, Fig. 4 と Fig. 5 にそれぞれ, 熱流束と過冷度の関係, 熱伝達率と過冷度の関係を示す。Fig. 3 から, 実験直後『Cu-bare(Cu ブロック), Cr(Cr スパッタ)』においては滴状凝縮を示しているのに対し, 『Ti-bare(Ti ブロック), Ti(Ti スパッタ)』においては膜状凝縮となっている。その後『Cu-bare』凝縮面は 9 割以上を水膜で覆われ, Fig. 4 において, 熱流束も滴状凝縮時と比べ 30(W/m²)程度低下している。この原因として, 滴状凝縮を促していた Cu-bare 表面の不凝縮ガス⁽⁴⁾(空気)が蒸気の噴出により除去され, Cu 本来の凝縮形態である膜状凝縮に形態が遷移したと考えられる。これにより, 20 時間経過した凝縮面は『Cr』以外すべて膜状凝縮となった。過去に行った実験では, より高い過冷度において『Cr』の凝縮形態は膜状になる結果が出ているため, 今後, 形態の遷移する温度など滴状となる条件について検討する。

滴状凝縮を示した熱流束においては, Fig.4 に示す通り理論値と定性的に一致しており, 十数倍高い数値を示している。しかし, 膜状凝縮となった Cu-bare における数値は比較的低い値を示しているものの, Ti-bare および Ti においては凝縮形態が膜状凝縮となっているのにもかかわらず熱流束, Fig.5 の熱伝達率とともに理論値より十数倍高い数値を示している。この結果の原因として, 『Ti』スパッタが剥がれ, 凝縮面部分に銅ブロックが露出したことや, 凝縮面直径が小さく, 水膜が薄くなったことで滴状凝縮時と同等の熱伝達率となったことが考えられる。今後, Ti のスパッタ条件による実験のやり直しのほかに, 凝縮面直径その他表面性状の影響を考慮し, 現在の凝縮面より径の大きい凝縮面や, AFM(原子間力顕微鏡)を用いた凝縮面付着力の計測などを検討中である。

5. 結論

φ15mm の銅ブロックにスパッタリング加工で各種金属薄膜『Cr, Ti』を施した凝縮面およびスパッタリング加工を施さない『Cu-bare, Ti-bare』での凝縮実験を行い, 以下の結論を得た。

- (1) 実験開始から 20 時間経過後, 『Cu-bare』の凝縮形態は変化し, 『Cu-bare, Ti-bare, Ti』は膜状凝縮を示したが, 『Cr』は滴状凝縮を維持した。
- (2) 『Cu-bare』は膜状凝縮において理論値に近い熱流束を示したが, 『Ti-bare, Ti, Cr』は膜状凝縮, 滴状凝縮いずれも熱

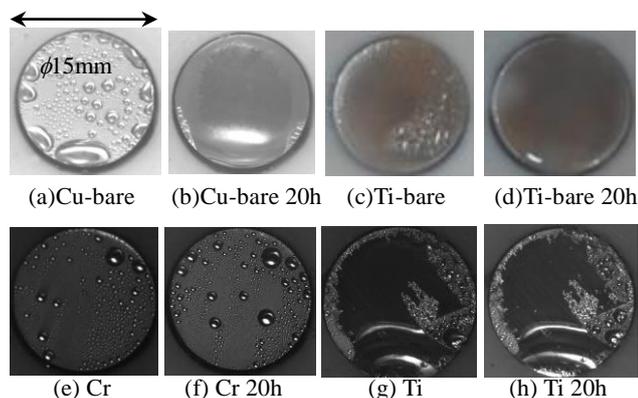


Fig. 3 Condensation of the Block Surface

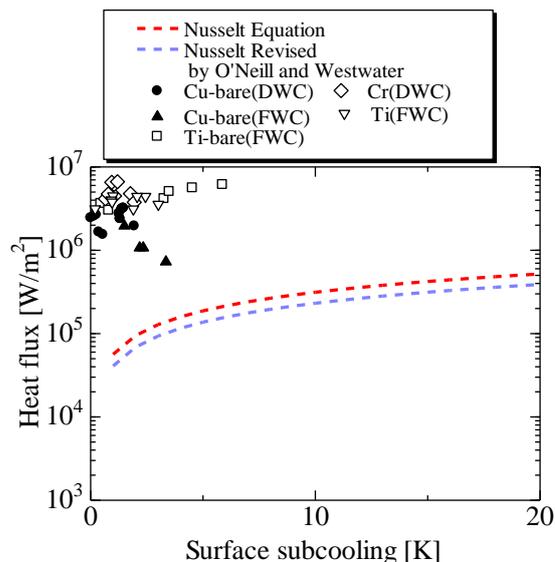


Fig. 4 Heat Flux vs Surface subcooling

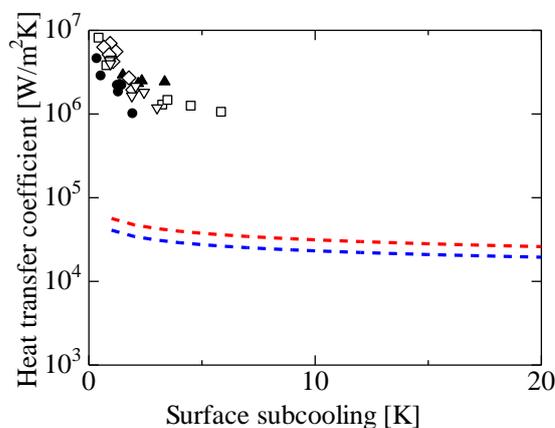


Fig. 5 Heat Transfer Coefficient vs Surface subcooling

流束, 熱伝達率は理論値の十数倍高い値を示した。

参考文献

- (1) 棚沢一郎, 凝縮研究の最近の進展-滴状凝縮を中心として, 機論, Vol. 78, No. 678, pp.439-445, (1975).
- (2) 日本機械学会, 伝熱工学資料 改訂版第5版, pp.119-130, (2009).
- (3) 諸貫信行, 表面微細構造による濡れ性の制御, 日本伝熱学会, Vol.46, No.194, pp.46-51, (2007).
- (4) Jun-De Li, Mohammad Saraireh, Graham Thorpe, Condensation of vapor in the presence of non-condensable gas in condensers, International Journal of Heat and Mass Transfer Vol.54, pp. 4078-4089 (2011).

査読付国際学会

K. Yamazaki and H. Ohtake, “Study on Condensation Heat Transfer on Micro Structed Surfaces, Effect on Condensation Heat Transfer of Metal-Sputtering Surfaces”, The 21st International Conference on Nuclear Engineering, ICONE21-16315, (2013). (ほか2編)

学会発表

矢部・大野・大竹・長谷川, 凝縮熱伝達に及ぼす各種表面金属薄膜の影響, 日本機械学会 関東支部第 20 期総会・講演会, (2014-3).

小田・大竹・長谷川, 沸騰熱伝達の機構と促進, 第 51 回日本伝熱シンポジウム, (2014-5). (ほか6編)

IV. 新機能表面・構造のマイクロメカトロニクス分野への応用

4.1. 生物の表面機能の解明とロボットへの応用 Functions of Biological Surfaces and Their Applications to Robots

鈴木 健司
Kenji SUZUKI

Keywords: Bio-inspired robot, Functional surfaces, Microstructure, Water repellency

1. 諸言

生物の表面は、毛や突起などの複雑な微細構造を有しており、その構造によって様々な機能を発現していることが知られている。本テーマでは、MEMS等のマイクロ加工技術を利用し、微小な生物、とくに昆虫の表面を模擬した微細構造を加工し、生物の機能を再現することにより、表面の構造と機能の関係を明らかにする。具体的には昆虫の脚の付着性や撥水性、飛翔昆虫の羽の微細構造による気流の制御などに着目し、これらの構造をMEMS技術などを用いて再現し、種々の機能を発現させる。また、製作した微細構造をロボットの表面に用いて小型ロボットを組み立て、羽ばたき飛翔、水面移動、壁面歩行など昆虫と同様な運動機能を有する自律移動ロボットを開発する。これらのロボットの開発を通して、生物の表面機能の原理の解明を行うとともに、新たな表面設計の指針を抽出し、他のテーマの研究や工業製品への応用を検討する。また開発したロボットを狭所や危険な場所での情報収集や、医療、ヘルスケア等に応用することを目指す。

2. アメンボの脚を規範とした撥水表面

平成25年度は、アメンボの脚表面の微細構造を規範として、ロボットの脚に用いる真鍮ワイヤの表面に微細な溝加工を施して撥水化し、水面上での支持力、引き離し力、抗力などを測定することにより、アメンボの水面移動の原理の解明を行った。アメンボの脚の表面は多数の毛に覆われており、さらにワックスのような物質を分泌することによって超撥水性が実現されている⁽¹⁾。これまでにアメンボを規範とした水面移動ロボットについて様々な研究、開発が行われているが⁽²⁾、実際のアメンボの脚の接触角 167 ± 4 [deg]⁽¹⁾と比較するとロボットの脚の撥水性はまだ劣っている。また、アメンボの脚の超撥水性が水面移動にどのように寄与しているかについても十分に解明されていない。

本研究では、直径1.0mmの真鍮線の表面にフェムト秒レーザー加工機を用いて、微細な凹凸加工を施し、アメンボの脚を模擬した撥水性の高い脚を製作した。そして、表面の微細構造が、脚の撥水性、水面上での支持力、引き離し力、水の抗力に及ぼす影響を実験により調べた。

3. 撥水性支持脚の製作

アメンボの脚を模擬したワイヤ状の撥水脚を製作するため、図1のように直径1.0mmの真鍮線をステッピングモーターで回転させながら、フェムト秒レーザー加工機により螺旋状の溝加工を行った。さらに、加工したワイヤ表面にフッ素系撥水剤FS-1010(株式会社フロロテクノロジー製)を浸漬により塗布した。溝の深さが13 μ mと28 μ mの2種類の撥水脚A、Bを加工した。加工条件を表1に示す。

4. 水の接触角、水面上での支持力、引き離し力

撥水脚A、Bと、比較のために加工していない真鍮線に撥水剤(FS-1010)を塗布したもの、および何も塗布していない真鍮線を用いて、脚の表面の水の接触角を測定した。

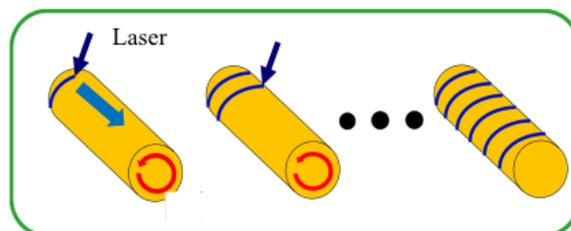


Fig. 1 Laser machining on the surface of a brass wire

Table1 Machining conditions

| | A (13 μ m) | B (28 μ m) |
|------------------------------|----------------|----------------|
| Laser power [W] | 0.1 | 0.5 |
| Feed rate [mm/s] | 0.0023 | 0.0023 |
| Circumferential speed [mm/s] | 0.286 | 0.242 |
| Groove depth [μ m] | 12.75 | 28.19 |
| Groove width [μ m] | 25.09 | 30.85 |

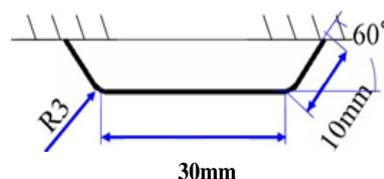


Fig. 2 Geometry of the sample

また脚を水面上にゆっくり押し付けた際の、水面を破る直前の支持力(Lift force)と、脚を水に沈めた状態から水面上にゆっくり引き上げる際の引き離し力(Pull-off force)の測定を行った。測定には、電動z軸ステージ、平行板ばね、レーザー変位計を用い、ばねの変位にばね定数を乗じて力を求めた。図2に測定に用いた撥水脚の形状を示す。

測定結果を、表2に示す。水の接触角は溝が深いものほど増加しており、溝加工により撥水性が強められていることがわかる。支持力は接触角が90°より大きい撥水脚では、接触角によらずほぼ一定の値が得られた。これは、表面張力に起因した支持力は、最大でも単位長さ当たり水の表面張力の2倍(144mN/m)にしかならないことと合致している。一方、引き離し力は、接触角が大きき撥水性が高いものほど小さくなった。これは、水が脚から離れる際の水の形状が接触角に依存するためと考えられる。

Table2 Contact angles, Lift forces and Pull-off forces

| | A (13 μ m) | B (28 μ m) | FS-1010 | Brass wire |
|---------------------|----------------|----------------|---------|------------|
| Contact angle [deg] | 125 | 146 | 120 | 80~90 |
| Lift force [mN] | 5.8 | 5.8 | 5.6 | 4.7 |
| Pull-off force [mN] | 1.8 | 1.2 | 2.8 | 3.3 |

5. 水の抗力・推進力

次に製作した撥水脚 A, B を用いて、水面上を一定速度で移動させたときの抗力の測定を行った。リニアガイドに板ばねとレーザー変位計を固定し、板ばねの先端に図 2 の形状の脚を取りつけ、脚を水平に移動させたときに水から受ける力を板ばねで測定した。この力は、アメンボの支持脚では抗力、駆動脚では推進力として働く。水面に押し付ける深さは 1~4mm まで 1mm 間隔で変化させ、移動速度は 50~250mm/s まで 50mm/s 間隔で変化させた。測定結果を図 3, 4 に示す。

実験結果から、撥水脚 A, B は、撥水处理をしていない真鍮線に比べて高い速度まで水没せずに動かせることがわかる。また、より深くまで押し付けて高速で動かすと抗力（または推進力）が大きくなるが、一方、脚が完全に水没すると抗力は急激に減少する。これは、水没していないときには、水面のくぼみによって移動方向に垂直な投影面積が増加するためと考えられる。

抗力の理論式 $F = 1/2 C_d \rho A V^2$ と実験結果を比較するため、図 4 の押し付け深さ 3mm の結果を用いて、速度の 2 乗と抗力の関係を求めた（図 5）。抗力は速度の 2 乗にほぼ比例しており、水面上での実験値は抗力係数 $C_d = 0.125$ の直線にほぼ重なり、水没時の実験値も抗力係数 $C_d = 0.18$ の直線とほぼ重なっていることから理論とよく一致している。次に、深さが増加した場合は理論では投影面積が増加し、抗力は線形に上昇するはずだが、図 3 のグラフは線形ではなく理論と一致していない。この原因を調べるため脚の移動時の水面を観察したところ、図 6 のように水面が隆起していること

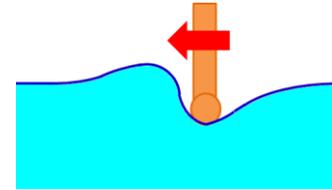


Fig. 6 Ridge of the surface of water

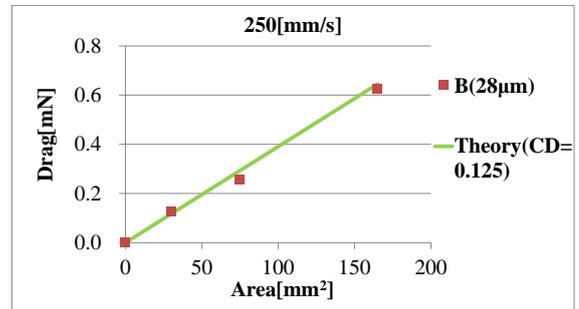


Fig. 7 Drag as a function of projection area

が確認された。隆起の高さは深さ 2mm のとき 0.5mm、深さ 3mm のとき 2.5mm となった。この隆起を考慮し、押し付け深さと隆起の高さを加えて投影面積 A を計算すると、図 6 のように抗力と投影面積が線形の関係になり、 $C_d = 0.125$ の理論値とほぼ一致することが確認された。

6. 結言

本研究では、アメンボの脚を模倣し、表面に微細な溝を有する撥水性の高い脚の製作を行った。また、製作した脚を用いて、微細な表面構造が、接触角、支持力、引き離し力、抗力に及ぼす影響を調べた。その結果、溝の深い方が接触角が高くなり、引き離し力が減少することが確認された。また抗力の測定により、深く押し付けながら速く動かすと抗力が増加することがわかった。また、抗力は速度の 2 乗と、脚の深さと水面の隆起を考慮した投影面積に比例し、抗力の理論式と一致することが確認できた。

<参考文献>

- (1) Xuefeng Gao and Lei Jiang, Nature, 432, 2004, p.36.
- (2) Yun Seong Song and Metin Sitti, IEEE Transactions on Robotics, 23 (3), 2007, pp.578-589.

査読付き論文

- (1) 柏原稔樹, 野中昂平, 鈴木健司, 高信英明, 三浦宏文, MEMS 技術を利用した気流センサの研究, 計測自動制御学会論文集, 49 (4), 2013, pp.411-416.

学会発表

- (1) 岩部純一, 鈴木健司, 高信英明, 三浦宏文, アメンボを規範とした水面移動ロボットの研究—脚の撥水性が水面移動に及ぼす影響—, 日本機械学会情報・知能・精密機器部門講演会 (IIP2014), 東京, 2014, H-2-2.
- (2) 小林憲司, 鈴木健司, 高信英明, 三浦宏文, 昆虫を規範とした壁面移動ロボットの研究—液体の粘性を利用した壁面付着—, 日本機械学会情報・知能・精密機器部門講演会 (IIP2014), 東京, 2014, H-2-3.
- (3) 伊藤慎一郎, 中村晃洋, 工藤憲作, 鈴木健司, トンボ規範型ロボットの翼位相変化に伴う空力特性, 日本機械学会 2013 年度年次大会, 岡山, 2013, J027034. 他 1 件

報道

- (1) ぶらーりキャンパス, 研究編 工学院大, 昆虫型マイクロロボット, 無駄ない動きに注目, 東京新聞, 2013 年 4 月 22 日, p.22. 他 2 件

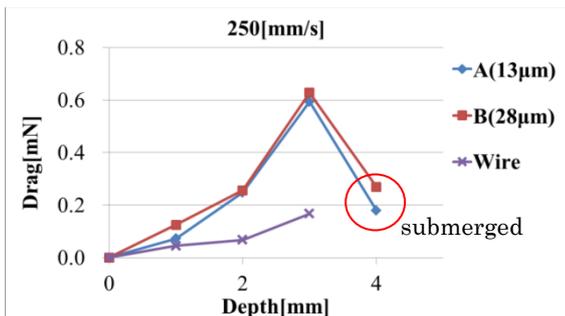


Fig. 3 Drag as a function of depth

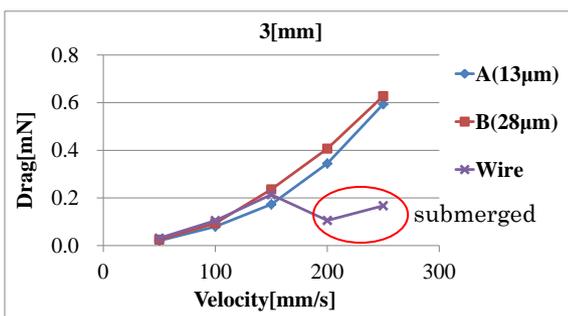


Fig. 4 Drag as a function of velocity

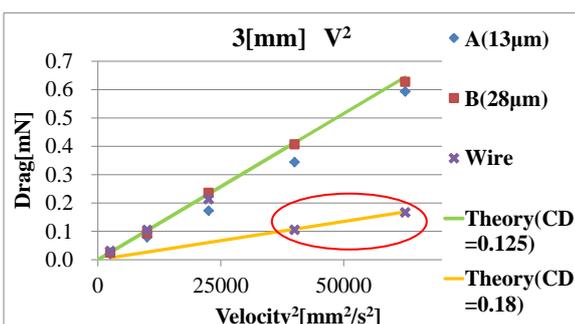


Fig. 5 Drag as a function of the square of velocity

4.2. 濡れ・付着機能の創成とマイクロマニピュレーションへの応用 Construction of wetting and adhesion function for micro manipulation

見崎 大悟
Daigo MISAKI

Keywords: Micro manipulation, SMA, Liquid bridge force

1. 緒言

100 μm 程度の対象物に関するマイクロマニピュレーションは、顕微受精や微小部品のアセンブリなど、近年ニーズが増えている。この領域に対して、さまざまな手法が提案されているが、対象物の離脱の難しさや、マニピュレータの操作の難しさなどが問題とされている。我々はマイクロロボットに搭載可能な液滴制御による顕微作業システムに着目しており、これまで研究をおこなってきた。本研究では、このシステムの作業効率を高めるために、液滴マニピュレータの濡れ・付着機能と入力インターフェースの動特性に着目したマニピュレーションの開発および基本特性の解析を目的とする。本年度は、マニピュレータの製作をおこない任意の場所の微細物を自由に姿勢変化させ半自動でハンドリングおよびプレースを可能とする機構の設計・製作をおこなう。

2. マイクロマニピュレーションシステム

本研究で利用するマイクロマニピュレータ⁽¹⁾は、図1に示す100 μm 程度のマイクロパーツの立体的な顕微鏡下作業が可能な顕微作業支援システムである。基本構成は、パソコン (windows7, Intel Core i 7) と微細物や作業空間を見るための顕微鏡 (Navitar 社 ズームレンズカメラ 1-60191+対物レンズ 5 \times : (焦点距離: 40[mm], 視野範囲 1.15 - 0.17 [mm])), CMOS カメラ (マイクロビジョン社 VC-4303: 画素数 640 \times 480, YUV422 8bit), 微量液滴ハンドリングツールを移動するための XYZ 位置決めテーブル (神津精機 YA07A-R1+ZA07A-X1: 位置決め分解能 0.25 $\mu\text{m}/\text{step}$, 可動範囲 $\pm 10.0\text{mm}$, 最高速度 2.5mm/sec) および顕微鏡を移動するための X 位置決めテーブル (神津精機 XA10A-R1: 位置決め分解能 0.25 $\mu\text{m}/\text{step}$, 可動範囲 $\pm 12.5\text{mm}$, 最高速度 2.5mm/sec) によって構成されている。USB 接続のジョイスティックと、PHANTOM Omni をもちいた入力装置をもちいて、対象物の把持にもちいるキャピラリの位置決めをおこない、顕微作業を実施する。

3. 液架橋力をもちいた対象物のハンドリング

対象物の把持には、液架橋力をもちいたこれまで提案した手法⁽²⁾をもちいる。外径 100 μm 内径 20 μm 程度のキャピラリをもちいて、空圧インジェクタによりキャピラリ内の液圧を制御することで、キャピラリ先端部と操作対象の間に、十数 μN の液架橋力を発生させることで 100 μm 程度の対象物の把持を実施することができる。液架橋力をもちいて図2および図3に示すようにマイクロパーツのピックアップとプレースが可能である他、複数のマイクロパーツ間の液架橋力を利用することでパーツの自己整列も可能である。

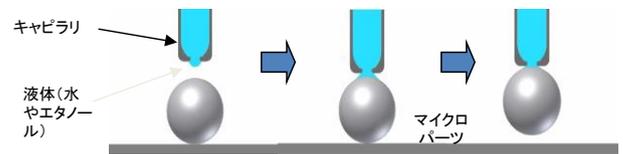


Fig.2 マイクロパーツのピックアップ

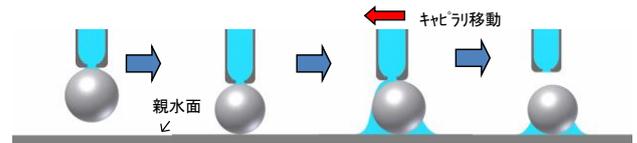


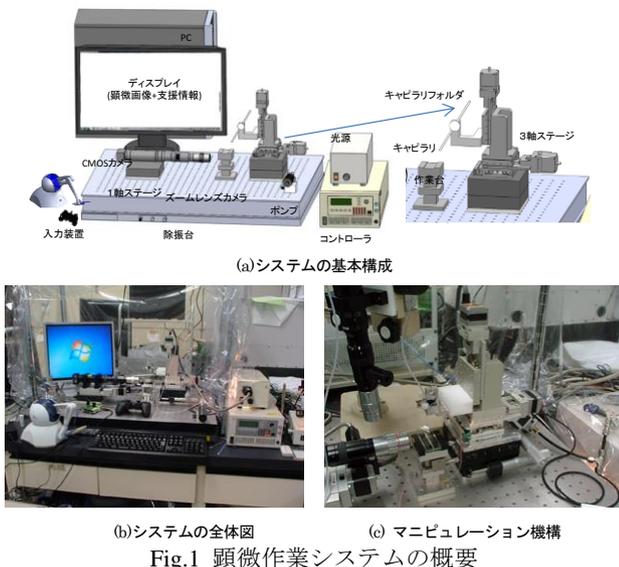
Fig.3 マイクロパーツのプレース

4. 6自由度の回転マニピュレータ

XYZ ステージに固定したキャピラリによる作業では、顕微作業のより複雑な立体組み立てが困難であるために、図4に示す6自由度の回転マニピュレータの機構を図1の顕微作業システムのXYZ位置決めテーブルに接続してより自由度の高い作業の実現をめざして設計・開発をおこなった。また、機構の全体の構造として、微小対象物を載せた作業台を囲むような構造となっている。この構造は各回転軸が作業台を干渉せずに、各回転軸の回転中心を機構の先端に合わせるためである。これにより、機構の先端を動かさず回転させることができる。

X, Y 軸回りの機構のアクチュエータはバイオメタルを使用した。バイオメタルはSMA(Sharp Memory Alloy: 形状記憶合金)で、電流を与えると収縮する針金のような形状のアクチュエータである。また X, Y 軸回りの機構はバイアスを用いており、図4に示すように関節を一方からはバイオメタル、もう一方は引張りバネで反力を与え関節の角度を変化させる構造である。

Z 軸回りの機構は作製した機構の先端部のため、軽量である必要がある。そのためアクチュエータはバイオメタルで動作する軽量のサーボモータ「スマートサーボ RC-1」を使用した。



(a) システムの基本構成 (b) システムの全体図 (c) マニピュレーション機構
Fig.1 顕微作業システムの概要

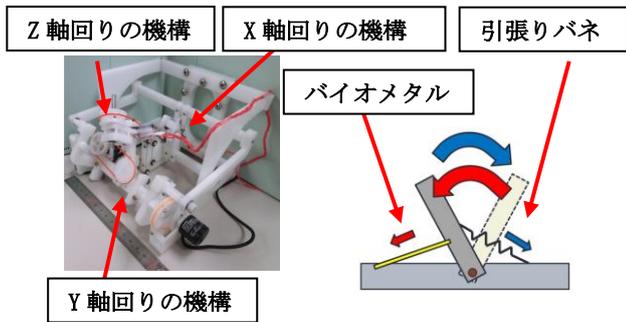


Fig.4 6自由度の回転マニピュレータ

5. 基本実験

基本実験として、精密天秤をもちいて液架橋力の大きさを測定した。利用液体は、純水、キャピラリの先端径は内径 $20\mu\text{m}$ 外径 $110\mu\text{m}$ とし引き上げの対象としてもちいた微細部品は、対象物は直径 $200\mu\text{m}$ のマイクロビーズとした。図6は、引き上げ距離と液架橋力のグラフ（引き上げ速度 $1\mu\text{m/s}$ ）である。また、図6は引き上げ速度を $1\sim 25\mu\text{m/s}$ の間で変化させ、発生する液架橋力を各5回ずつ測定して、発生した最大液架橋力の平均からグラフを作成した。液架橋力を制御することができれば、微細物のピック&プレースがより簡単になることが予想されるが、現状では制御の幅が不十分であるために、キャピラリの表面特性などとの組み合わせを今後検討していく。

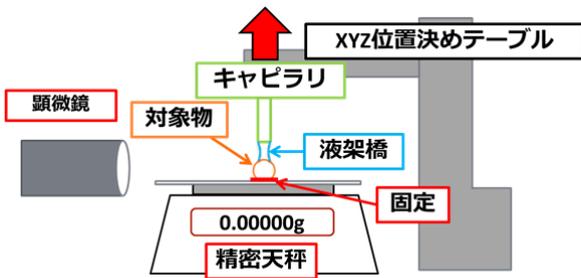


Fig.5 液架橋力の測定方法

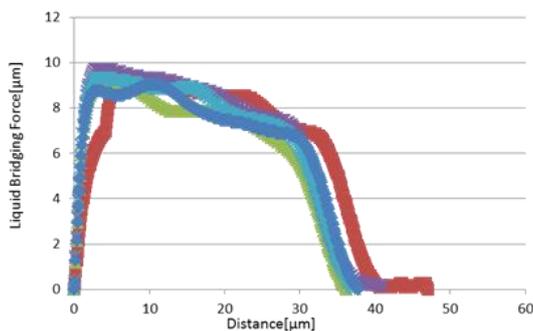


Fig.6 引き上げ距離-液架橋力

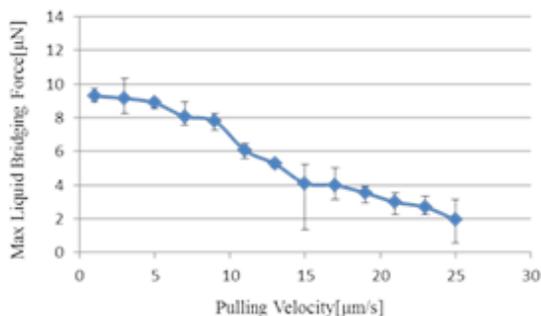


Fig.7 引き上げ速度における液架橋力の変化

次に、作成した6自由度の回転マニピュレータをもちいて微細部品の整列・組立を行い基本性能の評価をおこなった。実験方法として無作為に置かれたチップコンデンサ $200\times 400\times 200\mu\text{m}$ （幅×奥行き×高さ）3個を立たせて整列した後、立たせたチップコンデンサを縦に3段組立する。

図8に実験風景図を示す。結果としてチップコンデンサの整列・縦に2段組立が可能であった。しかし、回転中にエンドエフェクタ先端部の移動により断続的な作業が困難だったことや常に $10\sim 50\mu\text{m}$ 程度の上下運動が起きてしまい、3段目の組立を失敗したため、より安定性がますような改善が必要である。

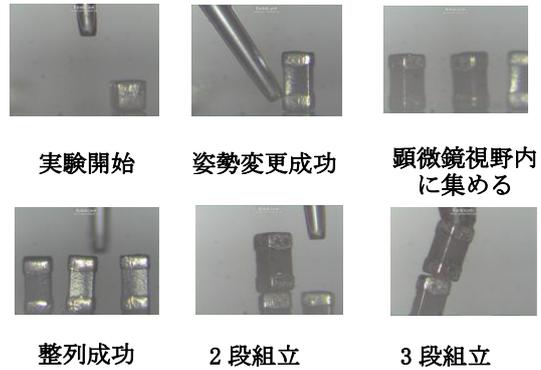


Fig.8 マイクロパーツの組み立て実験

6. 結言

濡れ・付着機能の創成とマイクロマニピュレーションへの応用についての研究を実施するために、提案するマニピュレータの基本特性の評価と6自由度の回転マイクロマニピュレータの設計・作製をおこなった。

基本実験の結果、目標とする $100\mu\text{m}$ 程度の微細部品の立体組み立て作業を実施するマニピュレータとしての性能として、十分な点不十分な点を確認することができた。今後、これらの点を改良していくためのひとつの方法として、キャピラリおよび作業するステージ上への濡れ・付着機能の創成が、安価・簡易な手法で改善効果が見られると考え、今後検討をおこなっていく。

<参考文献>

- (1) Daigo misaki, Ryuhei Kurokawa, Satoshi Nakajima, Shigeomi Koshimizu, Use of AR/VR in Micro Manipulation Support System for Recognition of Monocular Microscopic Images, International Journal of Automation Technology, Vol.5, No.6, pp.886-874, (2011).
- (2) S.Koshimizu, Application of Liquid Bridging Force in Manipulation and Assembly of Microparts, Int. J. of Automation Technology Vol.3 No.3, (2009).

学会発表

- (1) Masatomo Suzukia, Ryuhei Kurokawaa, Daigo Misaki, Shigeomi Koshimizu, Micro Assembly Support System with Control of Liquid-Bridging Force, Proc. of the 4th TSME International Conference on Mechanical Engineering (TSME-ICoME2013), 2013.
- (2) Tasuku Akiyama, Ryuhei Kurokawa, Daigo Misaki, Study of virtual reality and haptic feedback for 3D micro manipulation system, Proc. of the 4th TSME International Conference on Mechanical Engineering (TSME-ICoME2013), 2013.