

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, 相川慎也 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, 小林元康 9
1.3 MEMS 技術を利用した機能表面の創成と応用・・・	鈴木健司 13
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 15
II. 新機能表面・構造の生体医工学分野への応用・・・	17
2.1 表面技術の生体医工学応用・・・	橋本成広, 安田利貴 19
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 21
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 23
III. 新機能表面・構造の流体・エネルギー分野への応用・・・	25
3.1 スポーツ用機能性生地の開発・・・	伊藤慎一郎 27
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 29
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 31
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・・・	33
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 35
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 37

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)」が採択され、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「微細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。各種企業や医療系研究機関との共同研究も積極的に推進し、製品開発や臨床応用につながる研究を展開する。また、テーマ1の基礎研究で得られた技術や機能表面をテーマ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」

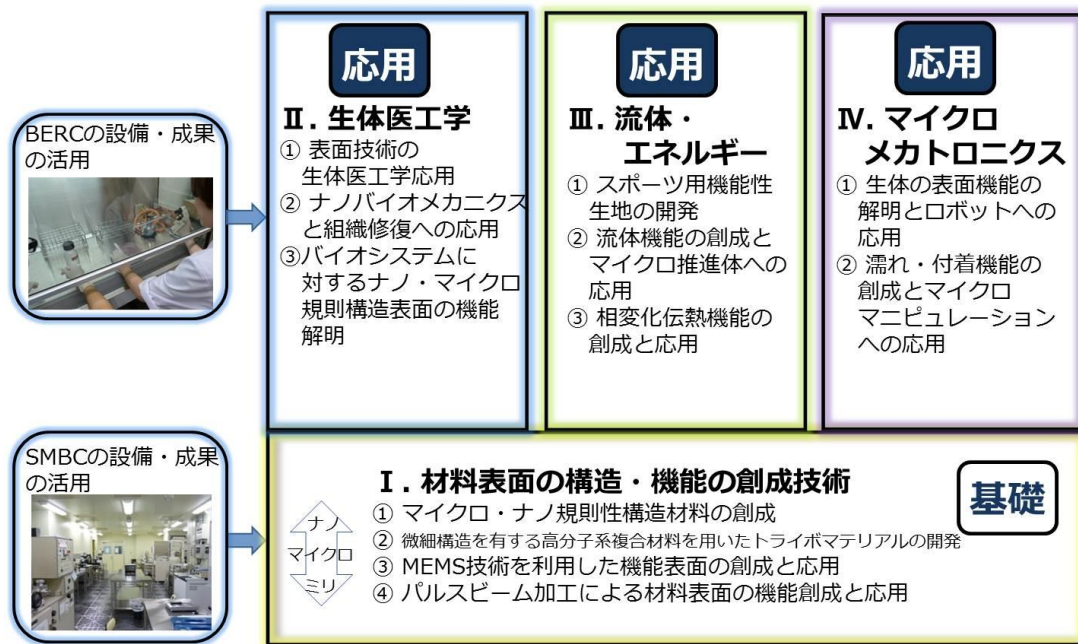


図1 FMSプロジェクトのテーマ構成

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構成されている。今年度は、基礎研究をさらに充実させるため、テーマ 1.1 に総合研究所所属の相川慎也助教（専門：電子デバイス、薄膜・表面界面物性）、テーマ 1.2 に応用化学科 小林元康教授（専門：高分子化学、薄膜・表面界面物性）が新たに加わり、学内研究者 13 名、学外研究者 2 名の体制で運営している。相川助教は、研究の推進のみならず、クリーンルームや細胞培養室等の管理・運営を担当し、研究環境の整備、学生に対する表面の加工・計測技術の教育やスキルの向上に努めている。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および実験室を利用している。

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」などの教育や、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 2 名に、技術的なサポートをお願いしており、機器の保守や教育・研究支援、安全確保などの体制を整えている。また、今年度は PD 1 名、RA 1 名を採用し、若手研究者の育成を行っている。ポスドク研究員は FMS 研究会での発表・討論にも参加している。

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ている。また、各種メディアへの発信、オープンキャンパス等での研究紹介や施設公開など、学内外に向けた情報発信も積極的に進めている。

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. 2014 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 5 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。また、FMS 以外の研究者の装置の使用ルールについても検討を行った。

・ 研究会、成果報告会

学内の研究者、学生が参加する FMS 研究会を 5 回開催し、毎回 1～2 テーマずつ、テーマ紹介を兼ねたな話題提供と討論を行った。今年度までにすべてのテーマからの話題提供を終了し、各テーマの相互理解が深まったので、今後はテーマ間での連携や技術共有に関する研究会、学外や海外の講師を招いた講演会などを企画する予定である。また、3 月には 2 年目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 24 研究室から合計 227 名の参加があった。

・ 研究設備の導入

電子ビーム蒸着装置を 16-321（クリーンルーム）に導入した。また、粘弾性測定装置を 16-226 室に導入し、使用講習会を実施した

昨年度導入した装置はいずれも頻繁に利用されている。特に「形状測定レーザーマイクロスコープ」はフル稼働の状態にあり、1 回当たりの使用時間を制限するなどの対応を行っている。

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, 増田 達也, 小野 幸子, 相川 慎也
Hidetaka ASOH, Tatsuya MASUDA, Sachiko ONO, and Shinya AIKAWA

Keywords : Micro- and nano-structures, Anodizing, Porous alumina membrane, 1D and 2D materials, Surface morphology, Electronic devices, Sensor applications

1. 孔径を制御した α -アルミナメンブレン

【はじめに】

テーマ1 (基礎技術の体系化) では, MEMS 技術, ビーム加工, ウェットプロセスなどを用いて, 金属, セラミックス, 半導体, 高分子やこれらの複合材料の表面に微細加工を施し, 新たな表面特性の獲得や機能発現を目指した研究を遂行してきた。材料表面の構造制御を通じて, 表面機能を制御することは, テーマ2~4 の応用研究を推進する上でも重要な課題である。テーマ1.1 ではウェットプロセスを用いて, 金属や半導体表面をマイクロ・ナノメートルで制御した規則的な構造体を作製し, 他テーマ担当者 (1.1, 2.3 など) への材料提供, 表面処理・加工に関する技術・情報の共有を図ってきた。2014 年度は, アルミニウムをアノード酸化することで形成されるポーラスアルミナ皮膜を用いて, 孔径を 50 から 350 nm の範囲で制御した α -アルミナメンブレンを作製し, 微細構造とメンブレンの硬さなどの諸特性を評価した。

【ポーラスアルミナ皮膜の作製】

Fig. 1 に Al 素地から剥離したシュウ酸およびリン酸電解液中で作製したアノード酸化ポーラスアルミナ皮膜の断面 SEM 像を示す。アノード酸化する際の電解時間は, シュウ酸 40 V の電解で膜厚が 50 μm になる電気量 (1.3 kC) と同一となるようにそれぞれ調整した。シュウ酸中, 40 V でアノード酸化した時の電解初期は電流密度が約 120 Am^{-2} であり, 3 時間後の定常電流密度は初期の電流密度とほとんど変わらなかった。化学溶解により皮膜表面の孔径は底部よりも拡大しているが, 100 nm 周期で規則的に孔が配列している様子がわかる (Fig. 1a, b)。シュウ酸電解液中で 60 V およびシュウ酸とリン酸の混酸を用いた 100 V では電解初期に電流が上昇し, 浴温も 1~2 $^{\circ}\text{C}$ 上昇した。特に, 100 V でアノード酸化した際は電解初期から 400 Am^{-2} 以上の高い電流密度であった。リン酸中, 185 V でアノード酸化する際は焼けを抑制するため, 電解初期 10 分は 10~20 Am^{-2} の低い電流密度を維持後, 段階的に浴温を上昇させ 5 時間の電解により厚膜化を達成した。リン酸中 185 V で作製した皮膜には Al 素地に含まれている微量な Cu (60 ppm) の影響によりセル壁に横穴が存在するが (Fig. 1c, d), シュウ酸中で作製した皮膜同様に孔配列は高い規則性を示した。

【 α -アルミナメンブレンの微細構造】

Fig. 2 にスルーホール処理後, 加熱により α -アルミナへ結晶化させたメンブレンの表面の SEM 像を示す。表面, 裏面ともに加熱前に比べて焼結により微細な凹凸が軽減した。特に, 裏面は加熱前に観察されたバリア層の溶け残りが焼結によりポーラス層へ取り込まれ, 表面と同様に平坦な構造となった。シュウ酸中, 40 V で作製したメンブレンの場合, α -アルミナへの結晶化後も膜厚は約 50 μm でほぼ変化は見られなかったが, メンブレンの直径は約 4 % 収縮した。表面の SEM 像から求めた平均孔径は, 例えばスルーホール処理時間が 5 分の場合, 59 nm から加熱後は 62 nm に拡大したため, セル壁は結晶化後に面積比で約 18 % 縮小している。孔径の

拡大はアルミナの結晶転移に伴う密度変化と皮膜内に混入した水とシュウ酸アニオンの分解脱離 (約 7 %) によりセル壁が収縮することに起因する。シュウ酸電解液中で本実験に近い 100 Am^{-2} の条件で作製したアモルファスの皮膜の密度は 3.1 g cm^{-3} と報告されており¹⁾, α -アルミナの密度が約 4.0 g cm^{-3} であることから, 膜厚の変化が無視できれば結晶化に伴うセル壁の面積としての変化割合は約 22.5 % と見積もられる²⁾。この数値は今回のメンブレンの結晶化前後でのセル壁の面積の変化よりやや大きいが同じオーダーであった。また, 中間層の断面 SEM 像から求めた α -アルミナメンブレンの孔径は, セル壁の収縮に伴いアモルファスよりも約 14~20 % 拡大した³⁾。中間層や孔底部の断面から求めた孔も面積比で約 30 % 拡大しており, 他の電解条件に比べて拡大割合が大きかった。Fig. 3 に皮膜剥離, スルーホール処理, 熱処理したそれぞれのアルミナメンブレンの表面 SEM 像を用い, 画像解析ソフト (ImageJ) により算出した表面の孔径を示す。60 V, 100 V および 185 V で作製したスルーホール後のアモルファスおよび α -アルミナメンブレンの表面の孔径は, 79 nm から 87 nm, 163 nm から 179 nm, 282 nm から 343 nm へそれぞれ拡大した。リン酸電解液中 185 V で作製した皮膜を除き, 孔は面積比で約 20 % 拡大した。また, リン酸単浴 (185 V) で作製したメンブレンの孔の面積比も 32 % 拡大し, SEM 像による拡大割合とほぼ一致した。

【 α -アルミナメンブレンの硬さ評価】

Fig. 4 にシュウ酸電解液中, 40 V で作製したメンブレン (アモルファス) および 1100 $^{\circ}\text{C}$ から 1250 $^{\circ}\text{C}$ で 4 時間熱処理した結晶性メンブレンのビッカース硬さを示す。メンブレンの硬さは γ -, δ -アルミナが存在する 1200 $^{\circ}\text{C}$ までの温度領域では HV が 400 以上であったが, 1250 $^{\circ}\text{C}$ の熱処理で完全な α -アルミナへ転移したメンブレンは HV が 348 まで低下した。硬さ低下の主な要因は結晶化による密度変化に伴うポロシティの増加であり, それに加えて結晶化に伴いセル壁が微結晶で構成されていたことも起因していると考えられる。押し込み試験時の荷重-変位曲線においても α -アルミナメンブレンの押し込み深さは他の温度条件で作製した皮膜に比べて約 2 倍に増加した。また, アモルファスと 1100 $^{\circ}\text{C}$, 1200 $^{\circ}\text{C}$ で熱処理したメンブレンのヤング率はそれぞれ 48.4 GPa, 51.6 GPa, 52.1 GPa であったが, 1250 $^{\circ}\text{C}$ で熱処理したメンブレンは結晶化の影響により 16.7 GPa へ低下した。この原因としては, 結晶化に伴うポロシティの増大, 微結晶で構成された節状の特異的なセル壁構造, 100 μm 程度の結晶粒からなる多結晶構造⁴⁾などが挙げられる。

【今後の課題と実験計画】

機械特性, 表面特性に対するアノード酸化ポーラスアルミナ皮膜の微細構造の影響を明らかにするために, ビッカース硬さ試験, 耐摩耗性試験, 水滴接触角測定などを他のテーマ担当者との連携を通じて継続実施する。本研究を通じて得られた実験技術・基礎データは, 適宜テーマ2~4の応用研究担当者へも提供し, 本プロジェクト内での連携強化を図りたい。

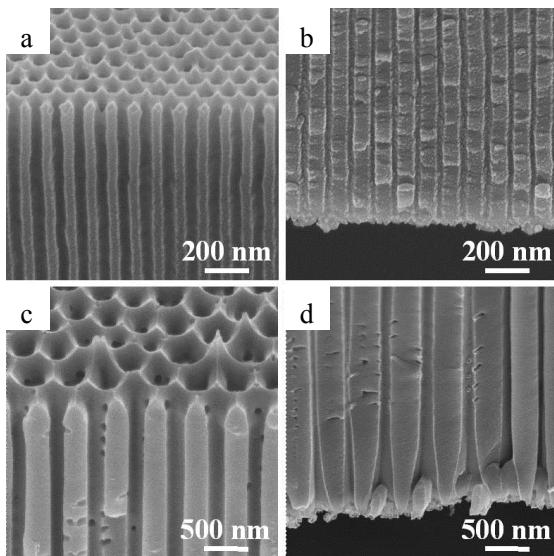


Fig. 1 Cross-sectional SEM images of as-detached amorphous alumina membranes formed in (a, b) oxalic acid at 40 V and (c, d) phosphoric acid at 185 V. (a, c) Top, (b, d) bottom part.

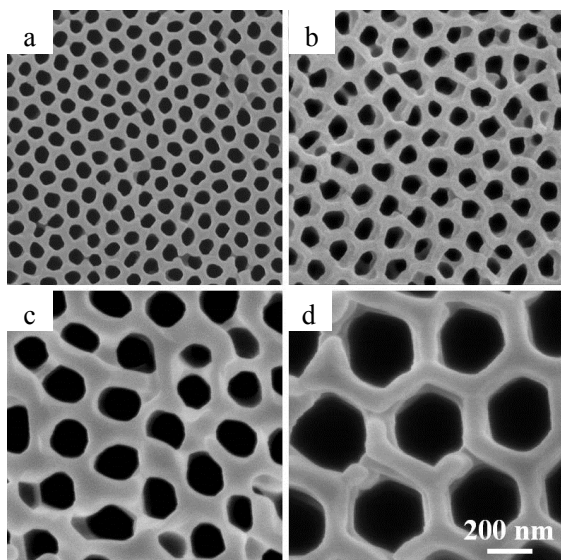


Fig. 2 SEM images of top surfaces of α -alumina membrane formed at (a) 40 V, (b) 60 V, (c) 100 V and (d) 185 V. Heat treatment was conducted at (a, b) 1250 °C, (c, d) 1400 °C for 4 h.

いと考えている。

2. 電子デバイス応用に向けたアノードエッチング GaAs ナノワイヤの表面構造評価

【背景】

近年、半導体産業におけるプラントレベルでの省エネの観点から、室温形成可能な溶液ベースの半導体デバイス開発が注目されている。溶液ベースのメリットは、従来法に比べてプロセス温度の大幅な低下が可能なことである。このことから、膨大なエネルギーを必要とする熱処理工程の簡略化とともに、プラスチックのような熱変形を伴う基板へのデバイス作製も容易となる。任意形状に曲げたり、局面に貼り付けたりすることができる機械的柔軟性を有し、かつ超軽量で透明な新規半導体素子の実現が期待できる⁵⁾。

溶液ベースによるデバイス作製は、一般に半導体材料分散溶液の塗布により行われる。しかしながら、この手法によって作製されるデバイスは著しく性能が低いことが問題である。代表的なペンタセンなどの有機半導体材料は、塗布作製

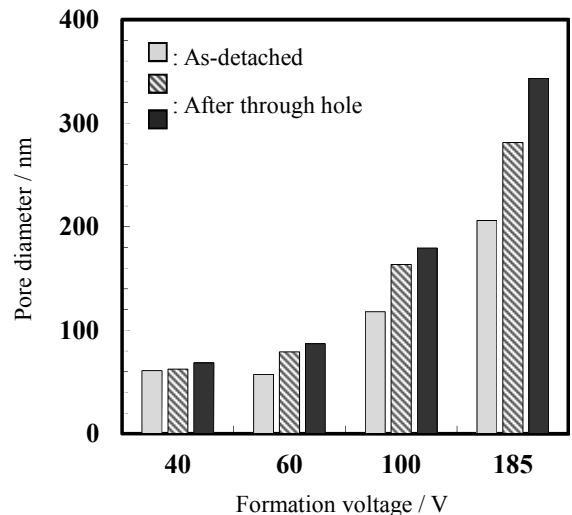


Fig. 3 Change in the pore diameter of top surface of alumina membrane with through-hole treatment and subsequent heat treatment. The chemical dissolution of alumina membrane formed at 40, 60, 100 and 185 V was carried out in 5 wt% phosphoric acid at 30 °C for 5, 30, 60 and 120 min respectively.

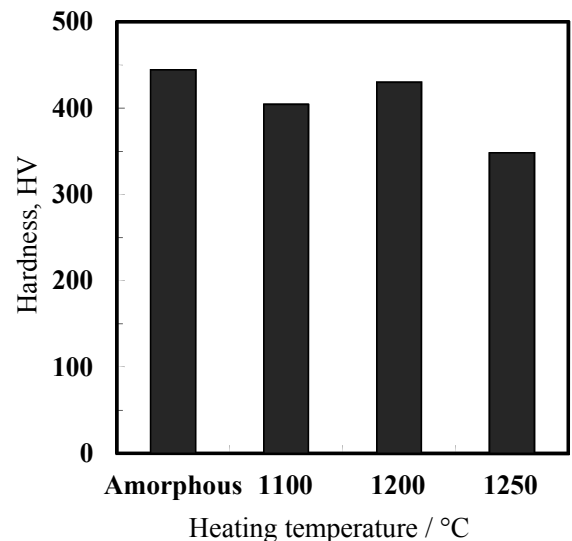


Fig. 4 Vickers hardness of amorphous and crystalline alumina membrane. Nanoindentation was performed with a 980 mN (100 gf) load and a dwell time of 15 s.

プロセスに有意性がある一方で、有機分子間のパイ電子軌道の重なりによって伝導が生じているため、伝導性に制限がある。このため、高特性を持つ材料を用いた溶液プロセス可能な高性能半導体デバイスの開発が望まれている。

【研究目的】

本研究では、アノードエッチングにより形成されたナノ構造半導体材料を用いて、高性能な機能電子デバイスを開発することを目的とする。また、ナノ構造半導体の表面を機能化し特定分子との相互作用を高めることでセンサーデバイスに応用する。デバイスの高機能化（軽量・柔軟・透明）を活用した小型ロボットへの搭載や、表面修飾により特定の細胞を検出するバイオセンサーとしての応用を検討し、他のテーマとの連携を積極的に図ることを目指す。

【研究計画（4年間の計画概要）】

本テーマを担当する相川は、2年目からの参画のため、研究は4年間で実施する。1年目は、デバイス作製のための作製条件の検討や半導体材料の基礎評価を行うとともに、デバイスの電気特性評価装置を立ち上げた。2年目は、素子作製

と素子評価を系統的に行う。分散溶液濃度やコンタクト金属の仕事関数を考慮したキャリア注入などを調べる。3年目は、前年の結果を基にフレキシブルデバイスやセンサーデバイスに適した条件を見出し、プラスチック基板への素子形成や様々なストレス環境下での素子特性評価を行う。4年目にこれらのデバイスを用いて他テーマとの連携研究に取り組む。研究連携は、デバイスの作製段階におけるパターニング手法などでも積極的に進め、本テーマにフィードバックする。

【本年度の実施状況】

平成26年度は、デバイスの作製と評価に先立ち、親水性/疎水性パターンの形成とナノ構造半導体材料の表面構造評価を実施した。ナノ構造半導体は、テーマ1.1の先行研究として報告されている砒化ガリウムナノワイヤ (GaAs NW) を用いた⁶⁾。

アノードエッチングで形成された GaAs NW に着目する理由は、大きく2つある。1つは室温での構造形成が可能なこと、他方は GaAs NW の結晶構造が基板の結晶構造をそのまま反映できることである。このため、ナノワイヤの先端から末端までが Zinc blende 構造のみで形成された単一構造 GaAs NW を得られるメリットがある。一方で、従来のドライプロセスによる触媒成長法では、成長途中の結晶転移により、Zinc blende 構造と Wurtzite 構造との混晶となることが知られている⁷⁾。これは、キャリア伝導の観点から望ましくない。ウェットプロセスで作製する高性能な電子デバイス実現のためには、単一の結晶構造を有する GaAs NW が不可欠である。上述のように、アノードエッチングでは単一結晶構造 GaAs NW を得られる可能性があり、ドライプロセス GaAs NW よりも高性能な機能電子デバイスを実現できるはずである。しかしながら、アノードエッチング GaAs NW は材料特性を含め未解明な点が多い。今回は、塗布プロセスでのトランジスタ作製に不可欠な親水性/疎水性パターンの形成および GaAs NW 表面構造の調査を行った。

親水性/疎水性パターニングの手順を Fig. 5(a) に示す⁸⁾。これは、トランジスタチャネル層のアイソレーションを自己形成し、素子アレイの作製に必要な工程である。このように形成したパターン上に GaAs NW 分散液を滴下し (Fig. 5(b))、乾燥させることで GaAs NW のランダムネットワークを得た

(Fig. 5(c))。シャドウマスクを介して電極を蒸着することでトランジスタを作製した。Si 基板をバックゲートとし電気特性評価を行ったが、長時間アニール (300 °C, 120 min) や高電圧印加 ($V_{GS} = 100$ V) の下でもトランジスタとしての動作確認はできなかった。

この理由を明らかにするため、透過型電子顕微鏡 (TEM) および Raman 分光による評価を行った。TEM 観察の結果、as-prepared の GaAs NW 表面は 20 nm 程度のアモルファス層で覆われていることがわかった (Fig. 6)。Raman 分光のスペクトルから、このアモルファス層の分析を行った。Fig. 7(b) は、GaAs {110} 面における基板およびナノワイヤ部分 (Fig. 7(a)) の Raman スペクトルである。{110} 面においては、Raman 選択則から Longitudinal optical (LO) フォノンが禁制、Transverse optical (TO) フォノンが許容となるため、基板からは 270 cm^{-1} の TO フォノンに対応するピークのみが観測される。一方で、ナノワイヤの場合には、形状効果のためバルクとは異なるスペクトルが観測された。GaAs NW からの Raman スペクトルをガウシアンフィッティングすると、6つのピークに分離できる (Fig. 7(d))。265, 277, および 284 cm^{-1}

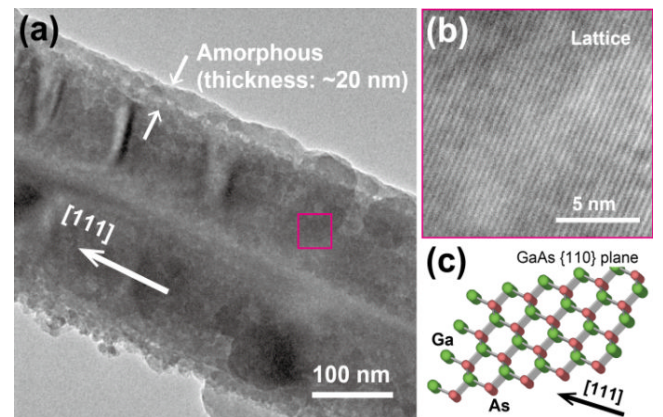


Fig. 6 (a) TEM image of a GaAs NW having ~20 nm-thick amorphous layer. (b) High-resolution TEM image of GaAs lattice taken from the wire core. (c) Structure of zinc-blende GaAs crystal. The [111] direction is corresponding to the TEM image in (a).

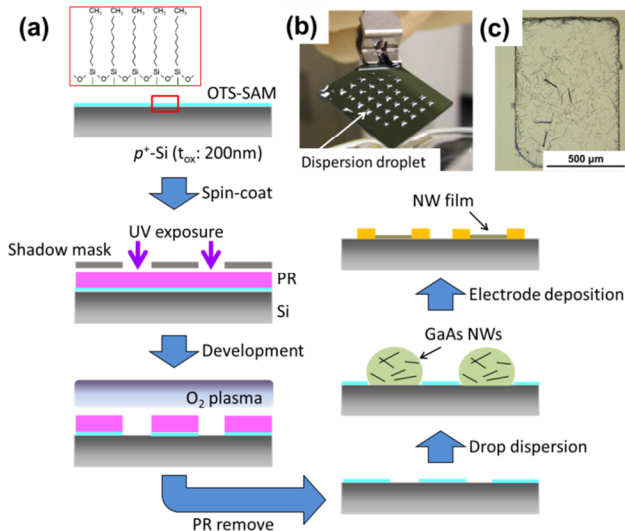


Fig. 5 (a) Schematic illustration of a device fabrication process based on a hydrophobic/hydrophilic pattern using a photoresist (PR)/octadecyltrichlorosilane self-assembled monolayer (OTS-SAM) stacking structure. (b) Photograph of a hydrophobic/hydrophilic pattern. Dispersion droplets were located only within the square hydrophilic region. (c) Microscope image of the square-patterned GaAs NW film before electrode deposition.

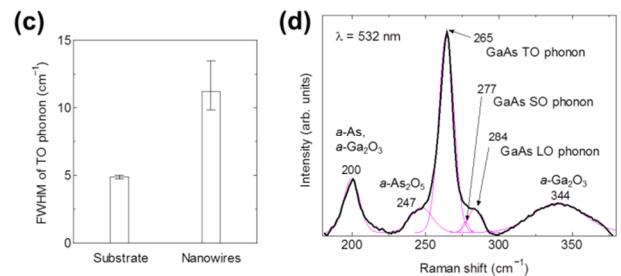
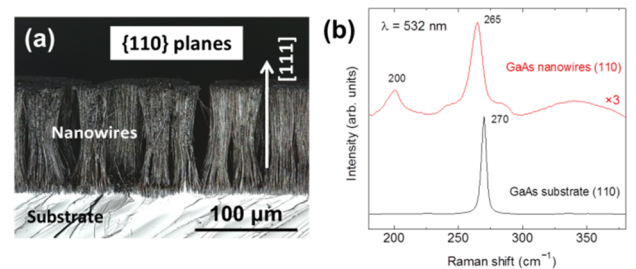


Fig. 7 (a) Laser microscope image of vertically-aligned GaAs NWs. (b) Raman spectra of GaAs substrate and nanowires. The excitation laser with 532 nm wavelength was incident perpendicular to the GaAs {110} planes. (c) FWHM of TO phonon for the substrate and nanowires. (d) Typical Raman spectrum of GaAs NWs with deconvolution in Gaussian components. Three peaks are originated from GaAs: 265, 277 and 284 cm^{-1} for TO, SO and LO phonon, respectively.

のピークは、それぞれ、TO, Surface optical (SO), および LO フォノンに対応する。TO フォノンのダウンシフトおよびブロードニング (Fig. 7(c)) は構造欠陥に由来し、TEM 像の結果をサポートする。{110}面では禁制な LO フォノンの観測は、入射光の散乱のため LO フォノンが許容な他のファセットからのスペクトルを検出したためだと考える。

一方で、200 および 344 cm^{-1} に位置するピークは、絶縁性の高いアモルファス酸化ガリウム ($a\text{-Ga}_2\text{O}_3$) の存在を示唆する。第一原理計算の結果によると、GaAs の酸化過程では Ga-As の結合が切断され、 $a\text{-Ga}_2\text{O}_3$ が表面上に形成される⁹⁾。したがって、GaAs NW 表面に稠密に自己形成された $a\text{-Ga}_2\text{O}_3$ 絶縁膜が、コア GaAs 結晶へのキャリア注入のバリアとなり、電極間での電気伝導を阻害したと考えられる。適切な酸処理などによって $a\text{-Ga}_2\text{O}_3$ 絶縁膜を除去すれば、アノードエッチング GaAs NW の電気特性を評価できるはずである。

【まとめ】

アノードエッチングで形成された GaAs NW の特徴を活かしたデバイス開発にあたり、親水性/疎水性パターン形成と GaAs NW の表面構造評価を行った。パターニングでは親水/疎水領域が再現よく得られた。これは、次年度以降の塗布プロセスによるデバイス作製に有効である。また、TEM と Raman 分光の評価から GaAs NW 表面には、 $a\text{-Ga}_2\text{O}_3$ 絶縁膜が形成されていることがわかった。

今後の計画として、 $a\text{-Ga}_2\text{O}_3$ 絶縁膜を除去した GaAs NW を用いてトランジスタ動作の確認を行うとともに、国際学会での発表や国際ジャーナルへの論文投稿を積極的に行い、アウトプットの発信に努めていく。

3. 二次元機能薄膜のデバイス応用

近年、二次元構造を有する機能薄膜材料が世界的に注目されている。構造の特異性に基づいた物性や機能表面を持つためである。特に、アモルファス酸化物半導体ナノ膜および遷移金属カルコゲナイドは、学術領域の新規開拓や産業応用の面で期待されている。これらの材料が持つ機能性を解明し活用することは、本研究プロジェクトの発展に大いに貢献しうると考えており、相互連携によるシナジー効果が期待される。ここでは、アモルファスインジウム系酸化物の活性な表面について報告する¹⁰⁾。密閉容器内で環境を変化させると、周囲分子との相互作用により半導体膜の伝導率が 10 倍以上も変化することが分かった。この現象は可逆かつリサイクル可能なため、高性能なセンサーデバイスへの応用が期待できるとともに、デバイス作製温度は 200 $^{\circ}\text{C}$ 程度と比較的低温であり、耐熱性プラスチック基板上への形成が可能である。

<参考文献>

- 1) 海老原健, 高橋英明, 永山政一, 表面技術, **34**, 548-553 (1983).
- 2) 増田達也, 阿相英孝, 原口智, 小野幸子, *Electrochemistry*, **82**, 448-455 (2014).
- 3) T. Masuda, H. Asoh, S. Haraguchi and S. Ono, *Materials*, **8**, (2015). in press
- 4) F. Rashidi, T. Masuda, H. Asoh, and S. Ono, *Surf. Interface Anal.*, **45**, 1490-1496 (2013).
- 5) S. Aikawa, E. Einarsson, T. Thurakitseree, S. Chiashi, E. Nishikawa, S. Maruyama, *Appl. Phys. Lett.* **100**, 063502 (2012).
- 6) H. Asoh, S. Kotaka, S. Ono, *Mater. Res. Express* **1**, 045002 (2014).
- 7) I. Zardo, S. Conesa-Boj, F. Peiro, J. Morante, J. Arbiol, E. Uccelli, G. Abstreiter, A. F. i Morral, *Phys. Rev. B* **80**, 245324 (2009).
- 8) S. Aikawa, R. Xiang, E. Einarsson, S. Chiashi, J. Shiomi, E.

Nishikawa, S. Maruyama, *Nano Res.* **4**, 580 (2011).

- 9) W. Wang, G. Lee, M. Huang, R. M. Wallace, K. Cho, *J. Appl. Phys.* **107**, 103720 (2010).
- 10) S. Aikawa, *et al.* Submitted.

平成 26 年度業績リスト

査読付き論文

- 1) T. Masuda, H. Asoh, S. Haraguchi, and S. Ono, Fabrication and characterization of nanoporous anodic α -alumina membrane adaptable to extensive range of pore diameter, *Materials*, 掲載決定, 印刷中
- 2) Y. Mori, A. Koshi, J. Liao, H. Asoh and S. Ono, Characteristics and Corrosion Resistance of Plasma Electrolytic Oxidation Coatings on AZ31B Mg Alloy Formed in Phosphate - Silicate Mixture Electrolytes, *Corrosion Science*, **88**, 254 (2014)
- 3) H. Asoh, S. Kotaka and S. Ono, High-Aspect-Ratio Vertically Aligned GaAs Nanowires Fabricated by Anodic Etching, *Materials Research Express*, **1**, 045002 (2014)
- 4) 阿相英孝, 小野幸子, アルマイトの機能化を支える基盤技術 (総説) 表面技術, **65**, 406 (2014)
- 5) 増田達也, 阿相英孝, 原口智, 小野幸子, アノード酸化と熱処理により作製したナノポーラス α -アルミナメンブレン, *Electrochemistry*, **82**, 448 (2014)
- 6) S. Ono, M. Nakamura, T. Masuda and H. Asoh, Fabrication of Nanoporous Crystalline Alumina Membrane by Anodization of Aluminum, *Materials Science Forum Vols.*, **783**, 1470 (2014)
- 7) M. Yamamoto, S. Dutta, S. Aikawa, S. Nakaharai, K. Wakabayashi, M. S. Fuhrer, K. Ueno, K. Tsukagoshi, Self-Limiting Layer-by-Layer Oxidation of Atomically Thin WSe_2 , *Nano Lett.* **15**, 2067-2073 (2015).
- 8) N. Mitoma, S. Aikawa, W. Ou-Yang, X. Gao, T. Kizu, M.-F. Lin, A. Fujiwara, T. Nabatame, K. Tsukagoshi, Dopant selection for control of charge carrier density and mobility in amorphous indium oxide thin-film transistors: Comparison between Si- and W-dopants, *Appl. Phys. Lett.* **106**, 042106 (2015).
- 9) M.-F. Lin, X. Gao, N. Mitoma, T. Kizu, W. Ou-Yang, S. Aikawa, T. Nabatame, K. Tsukagoshi, Reduction of the interfacial trap density of indium-oxide thin film transistors by incorporation of hafnium and annealing process, *AIP Adv.* **5**, 017116 (2015).
- 10) X. Gao, S. Aikawa, N. Mitoma, M.-F. Lin, T. Kizu, T. Nabatame, K. Tsukagoshi, Self-formed copper oxide contact interlayer for high-performance oxide thin film transistors, *Appl. Phys. Lett.* **105**, 023503 (2014).

解説論文

- 1) 阿相英孝, 小野幸子, アノード酸化ポーラス皮膜のバイオ・医療分野への応用, 静電気学会 **38**, 248 (2014)
- 2) 小野幸子, 電子顕微鏡で見えるアルミニウムポーラスアノード酸化皮膜のかたちの魅力, 軽金属 **64**, 348 (2014)

学会発表

国際会議講演 24 件 (内招待講演 5 件)
国内会議講演 39 件 (内招待講演 9 件)

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, 小林 元康
Yosuke NISHITANI, Motoyasu KOBAYASHI

Keywords: Tribomaterials, Polymer, Composites, Microstructure, Polymer Brushes, Soft Interface, Biomimetics, Water Lubrication

1. 緒言

高分子材料は、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、しゅう動部材（トライボマテリアル）として幅広く用いられている⁽¹⁾。第一のテーマとして、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する。

また、親水性表面が湿潤条件下で示す低摩擦および潤滑は、関節の軟骨表面や眼球の表面など身体の中でも見受けられるため、関心の高い研究対象である。第二のテーマとして、生体軟骨の構造を模倣し、架橋コラーゲンの代わりに架橋したポリビニルアルコール(PVA)を、ブラシ状に分岐した分子プリテオグリカンの代わりに超親水性ポリアニオンをブラシ状にグラフトした親水性薄膜を人工的に合成し、湿潤条件下における低摩擦性を示す表面の設計を試みる。

このように材料バルクの有機無機複合化を主題とする第一のテーマと、最表面での異種高分子複合化を目的とした第二のテーマを同時に検討する。これにより高分子材料の表面機能に関する技術を構築でき、ナノメートルオーダーの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に大きく寄与すると期待される。

2. 高分子系複合材料を用いたトライボマテリアルの開発

2.1 材料設計による手法

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しており、昨年度までに沈降性炭酸カルシウム (CaCO_3) を充填したポリアミド6 (PA6) およびポリプロピレン (PP) ブレンド (PA6/PP/ CaCO_3 複合材料) を例にとり、 CaCO_3 の表面処理により材料内部構造を制御できること、また摩擦係数および比摩耗率などの物性は、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などを明らかにしてきた。今年度は、海島構造を有する非相溶系ポリマーブレンドにおいて、摩擦係数や比摩耗率などが向上することに着目し、そのメカニズムを解明するため、(CaCO_3 未充填系) PA6/PP ブレンドのトライボロジー的性質を中心に検討した。Fig.1 に PA6/PP ブレンドの摩擦係数および比摩耗率と PP 添加量の関係を示す。PA6/PP ブレンドでは摩擦係数および比摩耗率とも、PP 添加量に対して“W”字型の傾向を示し、海島構造（相分離構造）を有する場合に最も良好なトライボロジー的性質を示す。この理由を解明するため、相手材表面観察を

行った。なぜならば、高分子系材料のトライボロジー的性質は相手材表面に形成される移着膜に強い影響を受けるためである⁽²⁾。Fig.2 に PA6/PP=80/20 の相手材表面を SEM 観察した結果を示す。ただし、200 倍で観察した結果である。相手材表面に、薄く均一な移着膜が形成されていることが確認できる。Fig.2 の中央部をさらに拡大 (20,000 倍) した SEM 写真を Fig.3 に示す。拡大した移着膜は、ナノメートルオーダーの細かなロール状の集まりであることが確認できる。これは PA6 または PP 単体の移着膜には認められないものである。このような微細物が摩擦面に介在するため、良好なトライボロジー的性質を示すものと考えられる。

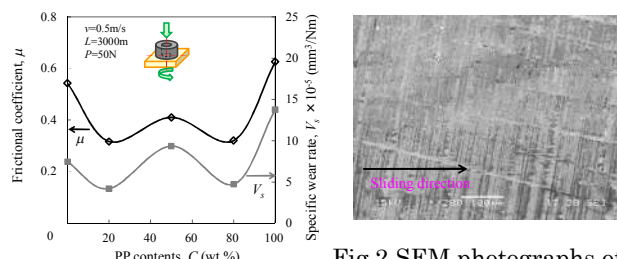


Fig.1 Tribological properties of PA6/PP blends.

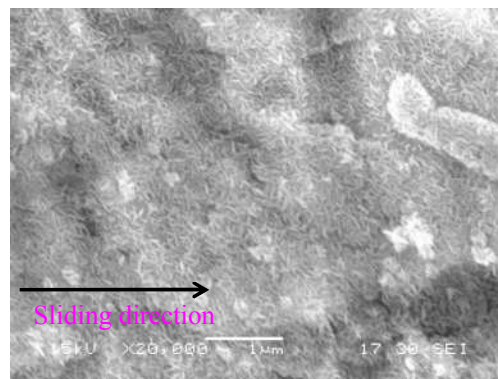


Fig.2 SEM photographs of counterface of PA6/PP=80/20 (x200)

2.2 成形加工による手法

複合化とポリマーブレンド化を組み合わせ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が知られている。昨年度は 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、多成分系複合材料の調整時における材料投入手順 (混練手順) の違いにより、トライボロジー特性を改善できることを明らかにした。今年度は、その改善メカニズムを明らかにするために、材料内部構造として、SEBS 分散相形状や大きさ、また VGCF の織

維長や分散性などを評価した。ここではスペースの都合上、詳細は省略するが、摩耗特性をはじめとした物性が向上するのは VGCF 充填後に 2 回混練したプロセス (B 法, D 法) であり、これは混練回数 (時間) の増加により、VGCF 繊維長は短くなるものの、VGCF の凝集体が少なくなり、材料内部での VGCF 分散性が良好になるためである。今後は、分散性向上のため、二軸押出機のスクリュ形状を見直し、より分散性向上などを検討していく予定である。

2. 3 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⁾。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。本研究では、表面構造付与による手法として、フェムト秒レーザーを用いた表面微細加工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を目的に検討している。昨年度は、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条件の一部を明らかにした。今年度は、その続報として、高分子トライボマテリアルの代表的な材料であるポリテトラフルオロエチレン (PTFE) について、フェムト秒レーザーを用いた表面微細加工に及ぼす加工条件の影響、およびそれら微細加工を施した PTFE の摩擦特性について実験的に検討した結果を報告する。

本研究で使用した材料は市販の PTFE シート (フロン工業株式会社, F-8035-04) である。30mm×30mm×3mm に機械加工してレーザー加工用試料とした。材料の微細加工はレーザー波長 800nm, パルス幅 190fs および繰り返し周波数 1KHz のフェムト秒レーザー (サイバーレーザー株式会社, IFRIT) を用いて溝形状の微細加工を施した。レーザー加工条件としては、レーザー出力を 0.2~1.0W, レーザ速度を 200~1400mm/min, 溝と溝のピッチ間隔は 50 μ m の条件である。加工後に形成された溝形状はレーザーマイクロスコブ (キーエンス株式会社, VK-X200) および SEM (日本電子株式会社, JSM6360LA) により観察した。PTFE の摩擦特性は往復動型すべり摩耗試験機 (新東科学 (株), HEIDON TYPE38) により評価した。試験条件としては無潤滑下および油潤滑下による 2 種類で行った。相手材としては SUJ2 ボール (ϕ 2.5mm) を用いて、すべり速度 v を 1mm/s, 荷重 P を 0.2N, およびすべり距離 L を 300mm とした。潤滑下では 5ml のオイル中 (信越化学工業株式会社, KF-96-100cs) に試験片および相手材を浸漬させて試験を行った。

Fig.4 にフェムト秒レーザーによる各レーザー出力の PTFE の溝深さとレーザーの送り速度の関係を示す。レーザー速度が遅くなるに従い、溝深さが深くなるものの、レーザー速度が早い領域では溝深さが一定の値に収束していることがわかる。また、溝深さはレーザー出力による依存性も確認でき、レーザー出力が大きくなるにつれて溝深さは深くなる傾向を示す。この結果は Crawford ら⁽⁴⁾のシリコン上に付与した微細構造と同様な傾向を示し、このことはレーザー出力やレーザー速度などの加工条件の最適化が必要であることを示している。Fig.5 に各レーザー速度による微細加工後の SEM 写真 (x1,000) を示す。レーザー速度が速くなるにつれて溝の深さが浅くなるとともに、不連続な形状を示すことがわかる。レーザー速度 200mm/min により加工した溝の表面は細かな凹凸を示し、また溝が深くなっていくにつれて溝幅が減少し、綺麗な V 字形状を示している。さらには、加工されていない平面にはレーザー加工で加工した際の削り取られたとみられる樹脂の削り粉のようなものも確認でき、長細い線状の粉と粒状の粉が混在していることがわかる。一方、レーザー速度 600mm/min により加工を施した溝では 200mm/min の場合とは異なり、加工した表面が粗い凹凸となっており、溝深さは浅く、溝形状は U 字形状となっていることがわかる。ま

た、削り粉は 200mm/min のときと比較して量も減少しており、粒状の粉のみが加工されていない平面に点在していることがわかる。レーザー速度 400mm/min の溝は 200mm/min と 600mm/min の中間の形状となっており、加工した面の凹凸も中間の粗さになっていることが確認でき、削り粉の形状は粒状のものが多くなっている。Fig.6 に加工していない PTFE と微細加工を施した PTFE (with MS) の往復動型すべり摩耗試験の摩擦係数を示す。PTFE は油潤滑下では摩擦係数が低下する。また、微細加工を施した PTFE は無潤滑下および油潤滑下ともに未加工の PTFE と比較して摩擦係数が上昇するものの、潤滑の有無により摩擦係数の上昇率が異なり、油潤滑下では低い上昇率を示す。微細加工を施した PTFE は無潤滑下では微細加工を施した粗い面がそのまましゅう動面となるため摩擦係数の上昇率が高くなるが、油潤滑下では油の潤滑効果および発生した摩耗粉が溝に逃げることにより上昇率が低下しているものと考えられる。今後はレーザー微細加工の条件最適化、また他の高分子材料への適用、さらには様々な摩擦条件での検討を行っていく予定である。

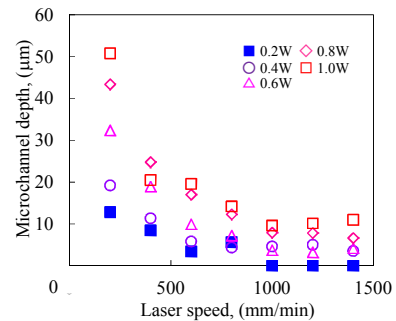


Fig.4 Relationship between the microchannel depth of PTFE and the laser speed

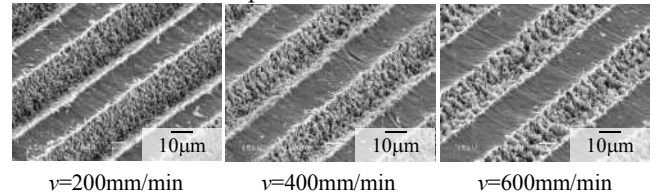


Fig.5 SEM photographs of surface microchannel on the PTFE at various laser speed (x1,000)

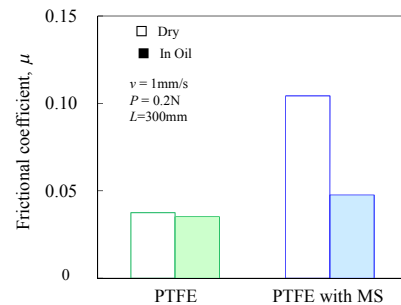


Fig.6 Frictional coefficient of PTFE with or without micro-structured surface (MS) under dry or lubricated (in oil) condition.

3. 高分子電解質ブラシ薄膜による表面複合化

3. 1 緒言

親水性表面が湿潤条件下で示す低摩擦および潤滑は、関節の軟骨表面や眼球の表面など身体の中でも見受けられるため、関心の高い研究対象である。例えば膝や指の関節などの摩擦係数は 0.0001~0.03 であるが、これらは水の存在だけで達成されたわけではない⁽⁵⁾。水それ自体は粘性が低く、境界潤滑膜を形成できないため、生体はボトルブラシのような構

造を有する糖タンパクを水に溶解させることで適切な粘弾性を獲得している⁽⁶⁾。例えば、生体軟骨に含まれるプロテオグリカンはコンドロイチン硫酸などのグリコサミノグリカンが高密度に枝分かれしたヒアルロン酸から構成されており、ボトルブラシのような分岐構造をした高分子電解質である。これらがコラーゲン繊維の間隙で多量の水を保持することで、生体関節は水潤滑を実現している。

材料の表面を親水化する方法の一つとして親水性ポリマー鎖の一端を固体表面に共有結合で固定化し、ポリマーブラシ構造を付与する試みが古くから行われてきた。親水性ポリマーブラシは水中または湿潤条件下で低摩擦性を示すことから環境に優しい水潤滑や、大気中の水蒸気の吸着による自己潤滑特性が注目され、新たなトライボ表面として期待されている⁽⁷⁾。特に、最近の精密重合技術の発展に伴い、比較的均一で、従来法では実現できなかったほど高い密度でポリマーを材料表面に固定化できるようになったため、細胞やタンパク分子の吸着抑制、分離精製技術、防汚技術、接着など摩擦以外の分野でも研究対象として注目されている。そこで、本研究では生体軟骨の構造を模倣し、架橋コラーゲンの代わりに架橋したポリビニルアルコール(PVA)を、ブラシ状に分岐した分子プリテオグリカンの代わりに超親水性ポリアニオンをブラシ状にグラフトした親水性薄膜を人工的に合成し、湿潤条件下における低摩擦性を示す表面の設計を試みた。

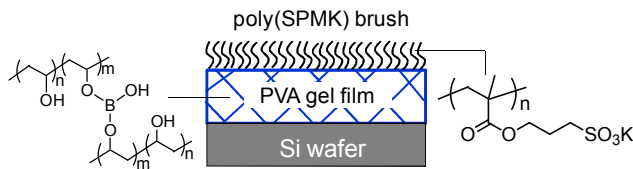


Fig.7. Preparation of super hydrophilic poly(SPMK) brush on crosslinked poly(vinyl alcohol) film.

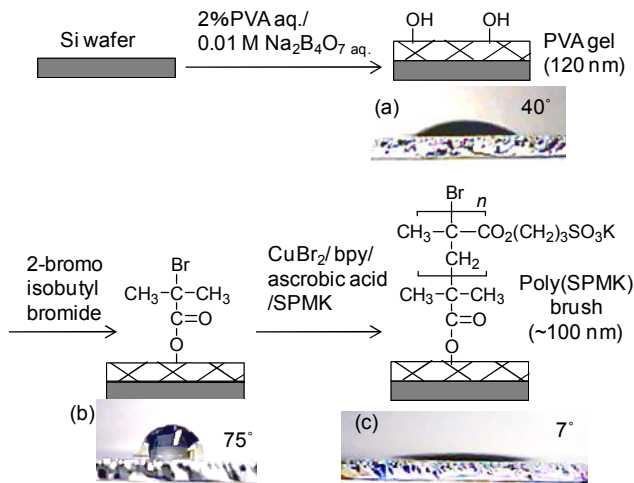


Fig. 8. Surface modification procedure of PVA gel film by surface-grafting poly(SPMK), and water contact angle on (a) PVA gel, (b) Br-immobilized PVA gel, and (c) poly(SPMK) brush-grafted PVA gel surfaces: Deionized water = 2 uL.

3. 2 高分子電解質ブラシの調製と超親水性表面

約 2%PVA 水溶液 1 mL に 0.01 M 四ホウ酸ナトリウム水溶液 100 μ L を加え、シリコン基板にスピコートした。減圧条件下で加熱して膜厚 120 nm 程度の PVA 薄膜を調製した。ここに bromoisobutyryl bromide を反応させ、薄膜表面に臭化アルキルを導入した。これを起点として銅触媒存在下でメタクリル酸スルホプロピルカリウム塩(SPMK)の表面開始原子移動ラジカル重合(SI-ATRP)を行うことで、PVA 薄膜表面に

poly(SPMK)ブラシを調製した (Fig. 8)。ブラシ薄膜の膜厚は約 100 nm であった。

臭化アルキル基を PVA ゲル表面に結合させると対水接触角は 40°から 75°まで上昇した。表面開始重合によりアニオン性高分子電解質の poly(SPMK)をグラフトすると、対水接触角は 7°まで低下し、超親水性表面が得られた。

3. 3 高分子電解質ブラシのマクロトライボロジー

一般に、ポリマーブラシの一端は共有結合など比較的強固な結合で基板表面に固定化しているため摩擦や洗浄に対して剥離しにくく、温度変化にも安定で改質効果を長期にわたって保持することが可能であることから、その摩擦特性も古くから関心が持たれていた。ポリマーブラシの摩擦を考える上でグラフト密度(1 nm^2 当たり)に固定化されているポリマーの本数は非常に重要である。グラフト密度の高いポリマーブラシが良溶媒中に浸漬した場合、溶媒分子がブラシ鎖間に侵入することで膨潤する。これは高密度であるがゆえに高分子濃厚溶液と同じ状態に達するため排除体積効果によって高い浸透圧が発生し、ポリマー鎖は基板平面に対して垂直方向に伸長した分子形態をとるためである。この浸透圧は外部からの荷重に対する反発力を生み、摩擦面同士の接触を抑制するために摩擦力が低下するのである。

また、溶液中で摩擦を行う場合、ブラシ鎖と溶媒との親和性も摩擦係数が大きな影響を与える。ブラシ鎖が溶媒和することでブラシ鎖同士の相互作用が小さくなり、ある程度の垂直荷重領域までは溶媒の流動性が保たれる。そのため、滑り運動が生じた時にせん断抵抗が小さく、グラフト鎖界面で良好な潤滑が生じる。さらに、良溶媒中のポリマー鎖は溶媒分子との親和性が高いため相対的に摩擦プローブとの相互作用が弱くなり摩擦係数が小さくなる。一方、貧溶媒中のポリマー鎖は溶媒分子との接触面積を小さくしようとするため相対的に摩擦プローブとの相互作用が強くなり、摩擦係数が増大することが知られている。

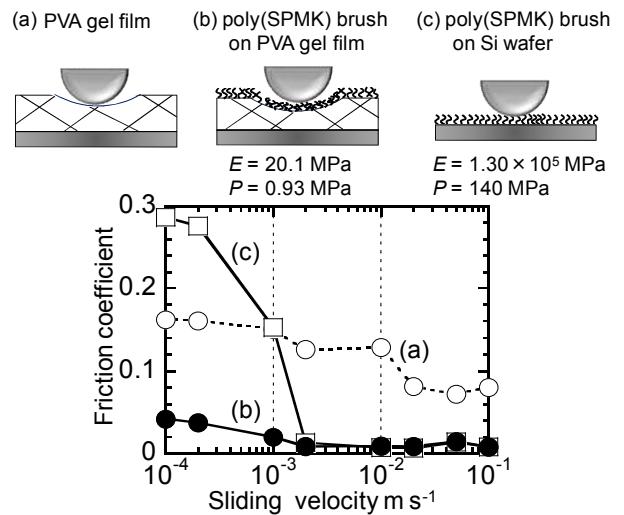


Fig. 9. Sliding velocity dependence of the friction coefficient of (a) PVA film (b) poly(SPMK)-g-PVA film, (c) poly(SPMK) brush on Si wafer, by sliding a glass ball over a distance 20 mm at sliding velocity of $10^{-4} \sim 10^{-1} \text{ m s}^{-1}$ under a load of 0.49 N at 298 K in water.

以上のようなことから、ポリマーブラシによる水潤滑を現させるにはポリマーブラシと水との親和性が重要である。そこで本研究では超親水性を示す poly(SPMK)ブラシを用いて表面のマクロトライボロジー特性を評価した。ポリマーブラシ表面の動摩擦係数(μ)は新東科学製 Tribostation Type 32 を用い、直径 10 mm のガラス球を摩擦圧子として直線摺動

摩擦試験を行うことで測定した。測定は水中、室温(298 K)にて垂直荷重 0.49 N, 滑り速度 $10^{-4} \sim 10^{-1} \text{ m s}^{-1}$, 振幅 20 mm の条件で行った。

Fig. 9(a)に示すように架橋PVA表面の水中における動摩擦係数は $10^{-4} \sim 10^{-1} \text{ m s}^{-1}$ の摩擦速度領域において 0.1 ~ 0.15 以上であった。これに対し, poly(SPMK)ブラシを付与することで劇的に動摩擦係数は減少した(Fig. 9(b)). 摩擦速度が大きいほど動摩擦係数が低下する傾向は認められるが, ほぼ常に $\mu < 0.04$ 低い値を示している点が特徴である。一方, Fig. 9(c)のようにシリコン基板に直接 poly(SPMK)ブラシを調製した表面も 10^{-3} m s^{-1} 以上の摩擦速度において $\mu < 0.01$ となり, PVA ゲルに poly(SPMK)ブラシを調製した表面と同様に低摩擦を示した。しかし, 10^{-4} m s^{-1} 付近の遅い摩擦速度領域では $\mu > 0.25$ の高い値を示した。

一般に溶媒が介在する摩擦では, 摩擦速度が低いまたは液体の粘度が低い場合には固体面同士が接触する境界潤滑状態にあり, 大きな摩擦係数を示す。摩擦速度の上昇とともに摩擦界面に高速で挟み込まれた溶媒分子が大きな反発力を発生し摩擦界面に流体液膜ができることで摩擦係数が低下する。これにより潤滑機構は境界潤滑から混合潤滑を経て流体潤滑へ移行する⁹⁾。Fig 9(c)では水和した poly(SPMK)ブラシが潤滑膜の役割を果たし, 摩擦速度の 10^{-3} m s^{-1} 付近で境界潤滑から流体潤滑へと変化したと考えられる。

しかし, 同じ poly(SPMK)ブラシ表面でも Fig. 9(b)のように PVA ゲル表面にブラシが存在する場合, 低摩擦速度でも極めて低い動摩擦係数を示している。これは基板の硬さが影響していると考えられる。シリコンのヤング率は $1.30 \times 10^5 \text{ MPa}$ であるのに対し, PVA ゲルは 20 MPa であり圧倒的に柔らかい。摩擦プローブのガラス球面圧子と基板とのヘルツ接触を仮定すると, シリコン基板と PVA ゲル上での接触面圧はそれぞれ 140 MPa と 0.93 MPa となる。つまり, PVA ゲルは垂直荷重に対して変形し接触面積が増える分, 摩擦界面では接触面圧が減少していると考えられる。水和膨潤したポリマーブラシ層から発生する浸透圧はおおよそ数 MPa と見積もることができるので, 膨潤ブラシ層は摩擦圧子に対して十分な反発力を発生し, 低摩擦速度領域でも比較的安定な流体潤滑膜が形成されることで低摩擦を達成したと考えられる。

4. 結言

本研究では, 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を検討した結果, 材料設計による手法では海島構造を有する非相溶系ブレンドが良好なトライボロジー的性質を示し, 特徴的な移着膜を形成すること, また成形加工による手法では多成分系複合材料の物性改善にはフィラー (VGCF) の分散性が強く影響を及ぼすこと, さらに表面構造付与による手法としては, フェムト秒レーザーによる PTFE 表面への溝加工に及ぼす加工条件の影響を明らかにした。

また, 生体軟骨における階層的分子構造を規範とし, 超親水性高分子電解質を高密度にグラフトした表面を調製することで良好な水潤滑が生じることを明らかにした。しかし, 高分子電解質ブラシのトライボロジーには濡れ性やイオンの水和状態, 分子鎖形態, 静電相互作用による斥力や引力, 潤滑媒体の種類とイオン強度の影響など様々な因子が複雑に関与している。今後, ポリマーブラシとトライボロジー特性との関係を分子論的に明らかにするには, 大きな垂直荷重と強いせん断応力が加わる摩擦界面をその場観察できるような技術の開発が不可欠である。

<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) S. Bahadur, *Wear*, 245, 2000, pp.92-99
- (3) 例えば, トライボロジスト, 55(2), 2010
- (4) T. H. R. Crawford, A. Borowiec, H. K. Haugen, *Appl. Phys. A*, 80, 2005, pp.1717-1724
- (5) C. W. McCutchen, *Wear*, 5, 1962, pp. 1-17.
- (6) L. Han, D. Dean, C. Ortiz and A. J. Grodzinsky, *Biophys. J.* 92, 2007, pp. 1384.
- (7) M. Kobayashi, Y. Terayama, N. Hosaka, M. Kaido, A. Suzuki, N. Yamada, N. Torikai, K. Ishihara and A. Takahara, *Soft Matter* 3, 2007, pp. 740-746.
- (8) M. Kobayashi, Z. Wang, Y. Matsuda, M. Kaido, A. Suzuki, A. Takahara, In *Polymer Tribology*, S. K. Sinha, B. J. Briscoe Eds., Imperial College Press, London, 2009, pp. 582-602.
- (9) M. Kobayashi, T. Ishikawa and A. Takahara, In *Polymer Adhesion, Friction and Lubrication*, H. Zeng Ed., Wiley, Hoboken, 2013, pp. 59-82.
- (10) M. Kobayashi, M. Terada and A. Takahara *Faraday Discuss.*, 156, 2012, pp.403-412
- (11) M. Kobayashi, H. Tanaka, M. Minn, J. Sugimura and A. Takahara, *ACS Appl. Mater. Interfaces*, 6, 2014, pp. 20365 - 20371.

査読付き論文

- (1) なし

学会発表

- (1) 小林元康, 高分子バイオマテリアル研究の最前線, 日本バイオマテリアル学会年次大会, 東京, 2014, 11.18.
- (2) M. Kobayashi, Macroscopic water lubrication properties of ion-containing polymer brushes, Czech-Japan Tribology Workshop 2014, Miknov, 2014, 11.24.
- (3) 小林元康, バイオミメティクスにおけるトライボロジー, 日本トライボロジー学会・表面テクスチャー研究会, 仙台, 2015, 1.8.
- (4) Naruse N., Nisitani Y., Kitano T., Fabrication of micro-structured surface of polymeric materials using femtosecond laser, Proceedings of International Symposium on Fiber Science and Technology (ISF2014), 2014, Tokyo
- (5) 竹中裕紀, 佐野将太, 西谷要介, 北野武, VGCF/PA6/SEBS-g-MA 複合材料の機械的性質に及ぼす混練手順の影響, 第 26 回高分子加工技術討論会, 2014, 愛知
- (6) 長田遊, 西谷要介, 北野武, CNT/PA6 複合材料の機械的性質に及ぼす SEBS 添加の影響, 2014 年度材料技術研究協会討論会, 千葉
- (7) 成瀬徳紀, 中村圭佑, 西谷要介, 北野武, PTFE のフェムト秒レーザーを用いた表面微細加工と摩擦特性, 2015 年度精密工学会春季大会学術講演会, 東京

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 のプロジェクトで蓄積された 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、昨年度に引き続き、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た。EWOD デバイスを、細胞培養等で用いられるセルプレートへの分注作業に応用すること想定し、デバイスに供給した液体から、一定量の微小液滴を生成、分離して所定の位置に輸送し、排出するデバイスの製作を目標とした。

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に静電力が働き液滴が移動する。(a) のように液滴が接地されている場合には、液滴は電圧が印加された電極上に移動して静止する。一方 (b) のように液滴が接地されていない場合には、液滴は浮動電位となり、液滴が正負の電極の中央に移動したときに平衡状態に達して静止する。基板上に多数の電極列を配置し、液滴が平衡状態にあるときに一つ先の電極と液滴が重なるように電極ピッチを定め、電圧を印加する電極を液滴の移動方向に順次切り替えていけば、液滴を連続的に輸送することができる。液滴の種類は、昨年度の成果により純水、食塩水、エタノール等を輸送可能であることが確認されており、マイクロ

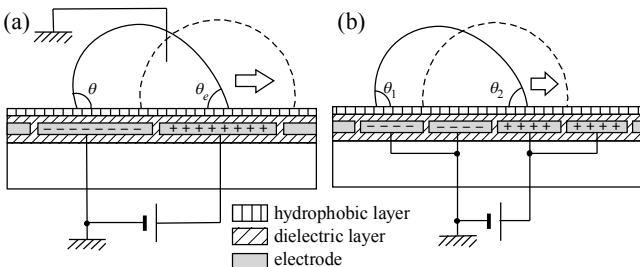


Fig.1 Principle of EWOD

流体デバイスや化学分析チップなど幅広い分野への応用が期待できる。

3. 液滴の生成

基板上的のリザーバーに供給した大きな液滴から、EWOD を利用して一定量の微小液滴を生成するデバイスを製作した。液滴生成デバイスについては、すでに多くの研究がなされている⁽¹⁾⁽²⁾が、配線部に液滴が引き込まれることを防ぐため、多層化した構造が多く用いられてきた。これに対して本研究では電極と配線を同一の層とした簡単な構造の液滴生成デバイスの開発を行った。液滴の生成には図 2 のように上部基板を設ける必要があることがわかっているため、下部基板と上部基板の間にスペーサを挟んだ構造とした。下部基板はガラス基板上に電極層のクロムを 0.5 μm 成膜し、フォトリソグラフィにより制御用電極、配線、電圧印加用パッドを形成した、次に絶縁層として Parylene C を 1 μm 蒸着し、撥水層に Teflon AF を 0.1 μm 塗布した。上部基板は、ガラス基板上に 1 μm の ITO の透明グラウンド電極と 0.1 μm の Teflon AF の撥水膜を成膜し、図 1(a) のように液滴がほぼグラウンド電位になるようにした。スペーサは、真鍮板に撥水剤を塗布したものを用い、厚さが 0.3 mm となるように調整した。

リザーバーの電極形状として、図 3 に示すように正方形、円形、凹部のある円形の 3 種類を製作した。また、配線部に液滴が移動することを防ぐため、配線は液滴の移動方向に沿って斜めに配置した。リザーバーの大きさは、7.5 mm \times 7.5 mm、輸送用電極の大きさは、1.5 mm \times 1.5 mm、電極ピッチは 1.53 mm とした。

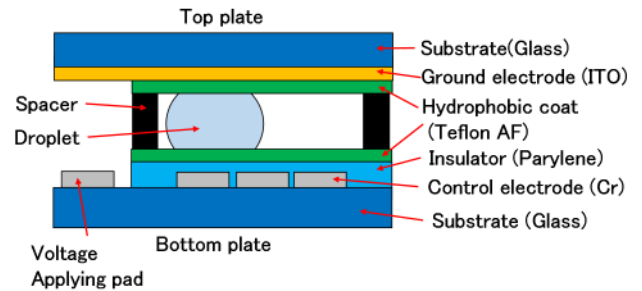


Fig.2 Structure of the droplet formation device

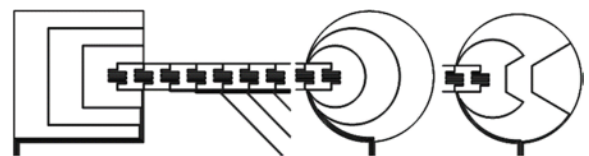


Fig.3 Shapes of the reservoirs

電圧 100 V, 周波数 1 Hz の条件で, 純水を用いて液滴生成実験を行った. 生成された液滴の体積の測定結果を表 1 に示す. 円形のリザーバーを用いた場合は, 最も体積のばらつきが少なく安定して液滴生成を行うことができた. 正方形のものは, 角部や隅部に液体がたまりやすく再現性が低かった. また, 電圧の印加方法は, 電極 1 枚, 隣り合う 2 枚, 隣り合う 2 枚とリザーバーの 3 種類で実験を行った結果, 隣り合う 2 枚に電圧を印加した場合が最も液滴の追従性が高かった.

4. 液滴の排出

撥水膜と斜面を利用し, EWOD により輸送された液滴が所定の場所で転がり落ちて排出されるデバイスの製作を行った. デバイスは, 図 2 の下部基板のみを用いて, 図 1 (b) のように液滴を接地せずに輸送を行った. 電極の大きさは, 1.5 mm×0.5mm, 電極ピッチは 0.53mm とした. 撥水膜として, デュポン製の Teflon AF の他に, 株式会社フロロテクノロジー製 FS1010, NTT-AT 製 HIREC1450NF を用いて輸送, 排出性能の比較を行った. 各撥水膜の成膜方法, 膜厚, 純水の接触角, 転落角 (液量 3 μ l), 比誘電率を表 2 に示す.

まず, 3 種類の撥水膜を用いて水滴輸送実験を行った. 電圧の印加方法は, 隣り合う 3 枚の電極に同時に電圧を印加し, 1 枚ずつ移動させた, 実験の結果, Teflon AF, FS1010 は輸送可能であったが, HIREC1450NF は, スプレー塗布で膜が厚くなるために輸送が行えなかった. Teflon AF は輸送可能な最低電圧が 65V, 最高周波数が 240 Hz, FS1010 はそれぞれ 47V, 330Hz となり, 誘電率が高く, 転落角の小さい FS1010 の方が輸送しやすい結果となった.

Table 1 Experimental results of Droplet formation

Reservoir	Square	Circle	Circle with a dent
Volume [μ l]	3.0 \pm 0.9	2.2 \pm 0.2	2.2 \pm 0.3

Table 2 Specifications of Hydrophobic agents

	Deposition method	Thickness	Contact angle	Sliding angle	Relative permittivity
Teflon AF	Spin coat	0.1 μ m	118 $^{\circ}$	65 $^{\circ}$	1.90
FS1010	Dip	0.1 μ m	119 $^{\circ}$	50 $^{\circ}$	2.42
HIREC1450NF	Spray	100 μ m	147 $^{\circ}$	30 $^{\circ}$	—

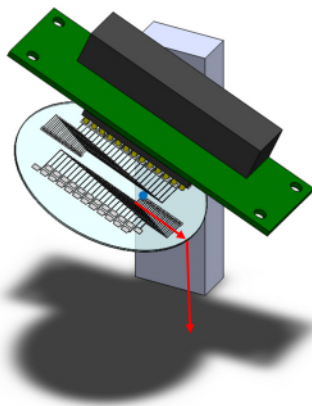


Fig. 4 Experimental setup for droplet discharging

Table 3 Results of droplet transportation and discharging

Tilt angle	Volume of droplet	
	3 μ l	5 μ l
30 $^{\circ}$	×	○
45 $^{\circ}$	×	○
60 $^{\circ}$	○	○

(FS1010, 100V, 300Hz)

次に図 4 のようにデバイスを傾けて, EWOD で輸送した水滴を基板の縁から排出する実験を行った. 印加電圧は 100V, 周波数は 300Hz とした. その結果, Teflon AF では, 基板の縁に水滴が残り排出することができなかった. FS1010 を用いた場合には, 表 3 に示すように 3 μ l の水滴で 60 $^{\circ}$ 以上, 5 μ l の水滴では 30 $^{\circ}$ 以上で排出可能であった. ただし, 周波数を 250 Hz 以下にした場合には, 排出することはできなかった.

実験の結果から, 輸送速度, 液量, 角度が適切ならば液滴の排出は可能であることがわかる. また, EWOD で輸送を行った場合, 電界による接触角の低下や撥水膜が汚染などにより, 転落角以上の角度でも液滴に一定以上の速度を与えないと排出できないことが確認された.

5. 結言

- 電極と配線を同一の層で形成した EWOD による液滴生成デバイスを製作した. レザーバーの形状と配線の配置を工夫した結果, 平均体積 2.2 μ l の液滴を安定して生成することが出来た.
- 接触角と転落角の高い撥水膜を用いた液滴排出デバイスを製作し, 100V, 300Hz の条件で 3 μ l, 5 μ l の液滴を, 一定の位置で排出することができた.

今後, 液滴生成, 分離, 輸送, 排出の各デバイスを組み合わせることにより, 1 つの EWOD デバイスにより分注作業等への応用が可能になると考えられる.

<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) 鈴木健司, 生物に学ぶ微細構造と表面機能, 日本機械学会 2014 年度年次大会, 東京, 2014. (招待講演)
- (2) 柳澤典男, 鈴木健司, 高信英明, 三浦宏文, エレクトロウエット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.

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

液中放電加工は、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、材料を熔融除去する加工法である。非接触の熱エネルギー加工であるため加工反力が小さく、近年は微細加工への適用が広がっている。放電加工の加工面は、微小な放電痕の累積で形成されるため、加工面性状のコントロールのためには、個々の単発放電における除去過程の詳細を把握する必要がある。

これまで、単発放電における材料除去についての報告は多数あるが¹⁾、その多くは放電条件と放電痕除去量、または電極材料と工作物材料の違いなどを調べたものが多く、直接極間状態を観察し、熔融部飛散の状態などを調べた例は少ない。

それに対して筆者らは、細線電極を用いた平板工作物に対する単発放電において、半球状に生成する気泡挙動を高速度ビデオカメラで直接観察し、放電条件と気泡挙動ならびに材料除去量の関係を明らかにしている。その結果によれば材料の熔融量は放電条件でほぼ決定され、その熔融部の飛散には気泡挙動が大きく影響していることが分かっている。

そこで、単発放電における材料除去過程に変化を与えるために、加工液にマイクロバブルを混入させた放電加工を試みた。単発放電の発生で生成した気泡が、周囲に存在するマイクロバブルと抱合することで気泡内圧力が減少し、機か爆発力が弱まることを期待した。将来的には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、極間の高圧状態が化学反応が進行し、加工面に各種化合物を生成できる可能性がある。

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る。最近、鍛造金型用の材料として注目されている超硬合金も、その機械的特性より複雑形状加工が難しい材料として知られているが放電加工であれば、精密形状加工は可能である。また、高温高圧特性に優れた航空機エンジン部品に用いられるインコネル材料も機械加工が難しく、放電加工やレーザ加工が用いられることが多い。

このように、機械加工が困難な材料の形状加工も、放電加工であれば可能な場合が多い。特に非接触熱エネルギー加工の特性を生かして、特殊材料の付加価値を高めた加工が可能となっている。その一つに、磁性材料があげられる。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。ところが、放電加工であれば着磁後の磁石でも直接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、従来加工では実現され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ている。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膜の生成であり、もう1つは磁性材料である永久磁石に対する放電加工およびパルスレーザ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。さらに、混入気体を空気以外にすることで、極間の高圧・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。

5年間の研究期間で、上記2つの項目の加工特性の把握と各種制御方法の確立を目指している。昨年の初年度は、両者とも基礎実験を行い、マイクロバブル放電加工の可能性の確認ならびに永久磁石の精密形状加工の実現と磁気パターンニングの可能性を確認した。2年目である本年度は、マイクロバブル加工液中の単発放電除去量の調査と、永久磁石加工時の磁石内部温度と磁束密度変化について調査した。

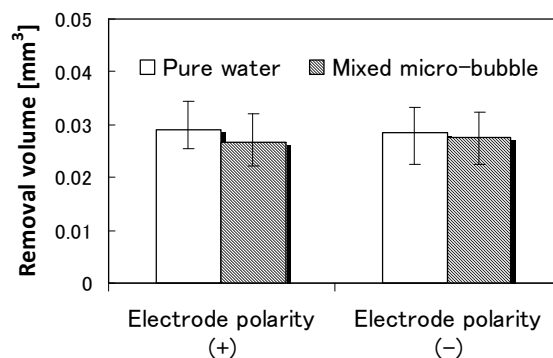


Fig.1 Single discharge removal volume (pure water)

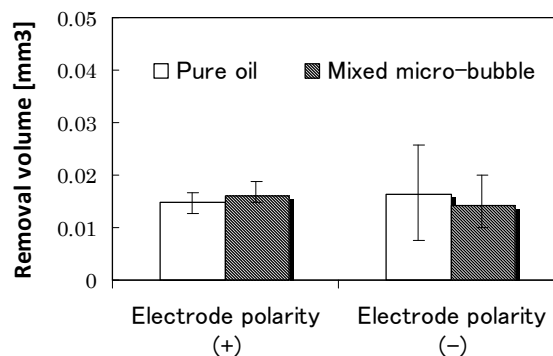


Fig.2 Single discharge removal volume (oil)

Table 1 Discharge conditions

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

3. マイクロバブル混入が単発放電痕除去量に及ぼす影響

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、未混入の加工液との加工特性を比較した。単発放電の発生は、直径 0.1mm のタングステン細線電極を用い、工作物には放電痕除去量を測定しやすいように除去量の大きな低融点合金を用いた。放電条件は表 1 を用いた。低融点合金は鉄鋼材料に比べて融点が高いため、放電 1 発当たりの除去量が増えて除去量の観察が容易となり、測定誤差が小さくなるため用いた。加工液はマイクロバブル混入の有無の違いにより純水および放電加工油の 4 種類用意し、各加工液で電極極性を変え 10 回放電を飛ばし、共焦点型顕微鏡にて除去体積を測定した。その結果を図 1 および図 2 に示す。連続放電加工実験の結果同様、水中加工ではマイクロバブルを混入させると除去体積は減少した。純水の場合、両極性にて同様の減少傾向にあり、このことからマイクロバブルを混入させることで水中加工では気化爆発力が弱まり放電 1 発当たりの除去量は減少したと考えられる。一方、油中加工の電極極性 (-) ではマイクロバブル混入の有無に関係なく 10 個の放電痕除去体積のばらつきが大きく、優位な差をみることはできなかった。一方、電極極性 (+) では 10 回のばらつきが小さくなったが除去体積は増加傾向を示した。

以上のように、マイクロバブル混入の効果について、単発放電除去量と連続放電でほぼ同様な傾向がみられることから気泡による溶融部の飛散効果に影響があることが分かる。

4. 永久磁石に対する放電加工中の磁石内部温度の変化

これまで、表 2 に示す 2 種類の条件で、直径 10mm、高さ 10mm のネオジウム磁石を高さ 1mm 除去すると、加工後の表面磁束密度が No.2 の条件では大きく低下することが分かっている。そこで放電条件の違いにより、加工中の磁石内部温度に違いがあるかを確かめるために、先端径約 0.5mm の K 熱電対を用いて実測した。いずれの放電条件においても、深さ方向の温度変化を調べるために、加工前の磁石の上端から 2, 3, 4, 5mm 下の側面に対し直径 1mm、深さ 5mm の穴を細穴放電加工機で加工し、熱電対を埋め込んだ。ただし、横穴加工を多数施した磁石では熱の伝導性に影響が生じることを懸念して、磁石 1 個に対し各高さ 1 個の横穴を空け、4 回の実験に分けて深さ方向の温度変化を取得した。ここで、磁石は 1mm の除去加工が行われるため、加工終了直前では、加工面から設置した熱電対までの距離はそれぞれ 1mm ずつ接近している。熱電対からの出力はデータロガー (キーエンス製 NR-1000) を用いてサンプリング間隔 0.1s にて加工終了まで取得した。

図 3 に、No.1 および No.2 の条件で高さ 1mm の除去加工を行った際の磁石内部温度の履歴を示す。(a) ~ (d) までは、それぞれ別々の加工実験になる。高さ 1mm を除去するのに No.1 の低速加工条件では約 50 分、No.2 の高速加工条件では、約 5 分の加工時間であった。同図 (a) より、No.1 の条件では上端より 2mm の位置 (加工終了直前加工面との距離: 1mm) における磁石内部温度は 80°C 程度を示していた。一方、同一測定部位で放電条件を No.2 とすると、加工初期の 130°C 程度から加工終了直前では 180°C 程度まで上昇した。このように温度上昇する理由の 1 つは、加工面と熱電対の距離が 2mm から 1mm へと縮まるためである。磁石上面からの深さが 1mm ずつ深くなると、それぞれの条件による内部温度は、No.1 の条件で約 65°C (上面から 3mm)、約 55°C (上面から 4mm)、約 50°C (上面から 5mm) と低下する。一方、No.2 の条件では、約 130°C (上面から 3mm)、約 110°C (上面から 4mm)、約 70°C (上面から 5mm) とする。これより、Fig. 2 に示すように No.2 条件で磁束密度

Table 2 Discharge conditions

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

が大きく低減するのは、加工面直下においては少なくとも 180°C 程度以上に温度上昇するため磁力の低下が生じたと推察できる。一方、No.1 条件では加工面より 1mm 下で 80°C 程度であり、温度上昇に起因する磁力の低下は小さく、磁石高さが変化した影響のみが現れたと考えられる。

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では、単発放電痕除去量が、バブルを混入しない場合に比較して減少した。連続放電でも加工速度が減少することから、バブル混入により溶融部の飛散作用が減少したと推察される。
- (2) ネオジウム磁石の放電加工において、荒加工条件で加工後の表面磁束密度が低下するのは、磁石内部の温度が加工面 1mm 下で 180 度程度にまで上昇することから、温度上昇による磁力低下が主要因であることがわかった。磁石内部温度の上昇が少ない仕上げ加工条件では、磁束密度の低下はほとんどない。

<参考文献>

- (1) 例えば宇野 義幸, 遠藤 修, 中島 利勝, 単発放電痕の生成機構に関する基礎的研究, 電気加工学会誌, Vol.25, No.49, pp.9-22(1991)

査読付き論文

- (1) 武沢英樹, 市村佳大, 毛利尚武, ネオジウム磁石の放電加工に関する研究 (第 1 報) - 放電条件による表面磁束密度の変化と磁石内部温度の関係 -, 電気加工学会誌, Vol.48, No.118, pp.100-107 (2014)
- (2) Hideki Takezawa, Kiichi Suzuki, Naotake Mohri, Characteristics of Electrical Discharge Machining in a Working fluid mixed with Micro-bubbles, Key Engineering Materials, Vol.625, pp.554-558 (2014)

その他 1 編

学会発表

- (1) 武沢英樹, 横手暢弘, 毛利尚武, 永久磁石の放電加工における加工雰囲気の影響, 第 10 回 生産加工・工作機械部門講演会 (日本機械学会), pp.15-16(2014)

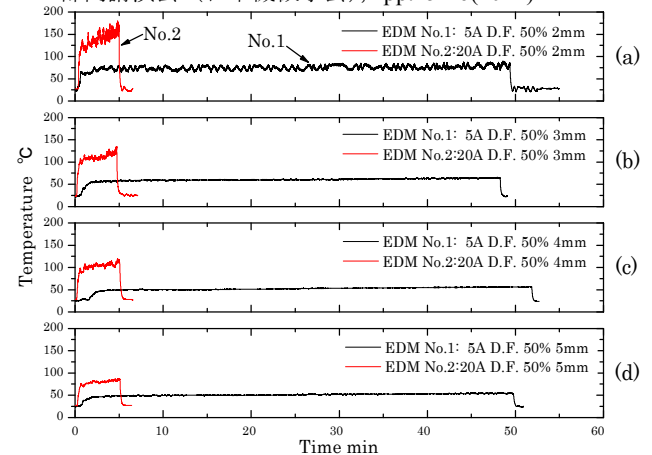


Fig.3 Change of internal temperature each depth

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、マイクロ流路内での細胞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 持続的的刺激場における細胞培養

持続的的刺激場において細胞を培養するために以下の足場を設計・用意した。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乗せて、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。また、遠心分離機にセットした試験管内で過重力が加わるようにした。超音波振動子を培養皿底面外側に貼り付けて 10 MHz の持続的な振動を加えた (Fig.1)。光造形法によって、ポリジメチルシロキサン円盤表面に縞状のマイクロ凹凸を施した足場を作成した。チタン製マイクロコイルばね上を足場に適用した。ポリジメチルシロキサン円盤上に蒸着した金薄膜を足場とした。これらの足場を CO₂ インキュベータ内に置いて、仔牛胎児血清 10%を含む D-MEM 中で細胞を培養した。

2.2 平行平板間流路試験

せん断流れ場における細胞等の移動を観察するために、平行平板間流路を作成した。光造形法によって、流路中のポリジメチルシロキサン壁面にマイクロ穴、または、隙間 1 μ m のスリットを設けた。培養液 (D-MEM) 中に分散された細胞等をシリンジポンプによって一定の流量で吸引し、流路壁面に一定のせん断速度場を発生させた。平行平板間の一様な速度分布を仮定し、壁面せん断速度を算出した。流路を流れる細胞等の挙動を光学顕微鏡で観察した。

2.3 実験に供した細胞等

実験では、マウス筋芽細胞 (C2C12)、マウス骨細胞 (MC3T3-E1)、およびブタ赤血球を用いた。

3. 結果および考察

持続的せん断流れ (Fig.2)・過重力 (Fig.3)・超音波振動刺激下 (Fig.1) で骨細胞・筋芽細胞の増殖・分化が観察された。マイクロ尾根 (Fig.4)・マイクロコイルばね (Fig.5)・

金薄膜上 (Fig.6) において、筋芽細胞の配向・増殖・分化が観察された。マイクロ窪地 (Fig.7)・マイクロスリット (Fig.8) を通過する細胞・赤血球の捕捉・変形が観察された (Fig.9)。これらの表面および周辺力学場の影響は、細胞の種類や状態に依存すると考えられる。



Fig.1 Surface of medium during vibration.

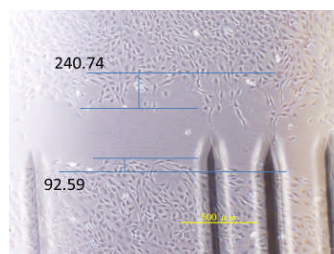


Fig.2 After 12 hours cultivation with flow (from top to bottom).

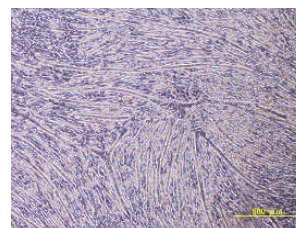


Fig.3 C2C12 after centrifugation of 270 G for 12 days. Dimension from left to right is 1 mm.

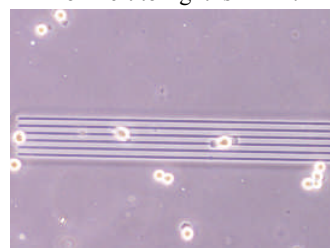


Fig.4 Three hours of cultivation on ridges of 0.0007 mm height.



Fig.5 Myotube on micro coil. Dimension from left to right is 1 mm.

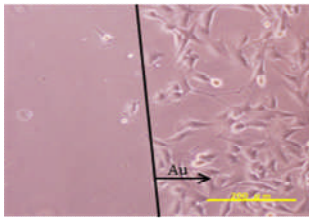


Fig.6 More cells adhere in the gold film area (right half) on the surface of PDMS. Dimension from left to right is 1 mm.

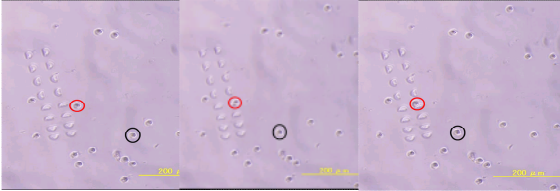


Fig.7 MC3T3-E1 in red small circle approaches to the hole (left), is on the hole (middle), exits from hole (right). Flow from right to left.

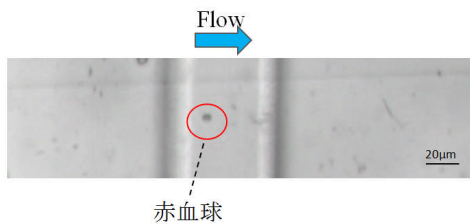


Fig.8 Red blood cell passing through slit. Flow from left to right. The bar shows 0.02 mm.

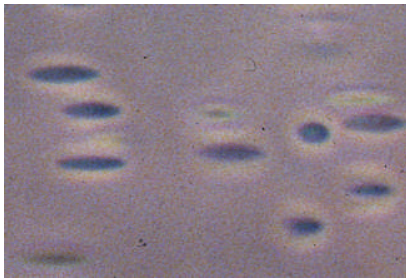


Fig.9 Deformation of erythrocytes of ellipsoid. Dimension from left to right is 1.5 mm.

4. 結言

- (1) 持続的せん断流れ刺激下で骨細胞を培養し、骨細胞が流れと逆方向へも移動・増殖することがわかった。
- (2) 遠心分離機を利用した培養システムを構成し、筋芽細胞が重力の270倍の持続的な過重力の下でも増殖・分化することがわかった。
- (3) 筋芽細胞は持続的な超音波振動を加えた足場上でも増殖することがわかった。
- (4) マイクロ加工によって作成した縞状の尾根の上に付着した細胞の配向を観察し、尾根の高さが $0.15\mu\text{m}$ 以上のときに尾根の長手方向に配向することを見出した。
- (5) 筋細胞がチタン製マイクロコイルばね表面で増殖・分化することがわかった。
- (6) 透明な金薄膜上での細胞増殖を光学顕微鏡によって透過観察できた。固体樹脂表面よりも増殖が加速されるのは、表面の親水性と関係があると考えられた。
- (7) 壁面付近を移動する細胞を捕捉するためのマイクロ窪地を作成し、 100 s^{-1} 以下の壁面せん断速度において筋芽細胞・骨細胞が捕捉されることがわかった。
- (8) 固体表面のマイクロ加工により構成した隙間 $1\mu\text{m}$ のスリットを通過する細胞の挙動を観察し、変形能によって通過

できる細胞と通過できない細胞に区分できることを示した。
(9) せん断応力場において、膜破断を伴う赤血球において膜のタンクトレッド運動に伴う周期的変形の観察を実現した。

<参考文献>

- (1) Hashimoto, S., Sato, F., Hino, H., Fujie, H., Iwata, H. and Sakatani, Y., *Journal of Systemics, Cybernetics and Informatics*, 11(5) (2013) pp. 20-27.

査読付き論文

- (1) Shigehiro Hashimoto, Detect of Sublethal Damage with Cyclic Deformation of Erythrocyte in Shear Flow, *Journal of Systemics, Cybernetics and Informatics*, Vol. 12(3), 2014, pp. 41-46.
- (2) Shigehiro Hashimoto, Tianyuan Wang, Measurement of Pressure between Upper Airway Tract and Laryngoscope Blade during Orotracheal Intubation with Film of Microcapsules, *Journal of Systemics, Cybernetics and Informatics*, Vol. 12(2), 2014, pp. 81-85.

国際会議プロシーディングス (査読付き)

- (1) Masashi Ochiai, Shigehiro Hashimoto, Yusuke Takahashi, Effect of Flow Stimulation on Cultured Osteoblast, *Proc. 18th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics*, Vol. 2, 2014, pp. 156-161.
- (2) Hiroaki Nakajima, Shigehiro Hashimoto, Toshitaka Yasuda, Effect of Ultrasonic Vibration on Culture of Myoblast, *Proc. 18th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics*, Vol. 2, 2014, pp. 144-149.
- (3) Shigehiro Hashimoto, Atsushi Mizoi, Haruka Hino, Kenta Noda, Kenichi Kitagawa, Toshitaka Yasuda, Behavior of Cell Passing through Micro Slit, *Proc. 18th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics*, Vol. 2, 2014, pp. 126-131.
- (4) Shigehiro Hashimoto, Yusuke Takahashi, Haruka Hino, Reona Nomoto, Toshitaka Yasuda, Micro Hole for Trapping Flowing Cell, *Proc. 18th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics*, Vol. 2, 2014, pp. 114-119.
- (5) Kenta Noda, Shigehiro Hashimoto, Toshitaka Yasuda, Hirromichi Fujie, Culture of Myoblast on Gold Film Sputtered on Polydimethylsiloxane Disk, *Proc. 18th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics*, Vol. 2, 2014, pp. 150-155.
- (6) Haruka Hino, Shigehiro Hashimoto, Fumihiko Sato, Effect of Micro Ridges on Orientation of Cultured Cell, *Proc. 18th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics*, Vol. 2, 2014, pp. 138-143.
- (7) Haruka Hino, Shigehiro Hashimoto, Toshitaka Yasuda, Effect of Centrifugal Force on Cell Culture, *Proc. 18th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics*, Vol. 2, 2014, pp. 132-137.
- (8) Shigehiro Hashimoto, Hiroaki Nakajima, Nobuaki Amino, Kenta Noda, Myotube Cultured on Micro Coil Spring, *Proc. 18th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics*, Vol. 2, 2014, pp. 104-107.

学会発表

- (1) Shigehiro Hashimoto, Haruka Hino, Kenichi Kitagawa, Toshitaka Yasuda, Design of Micro Slit for Cell Sorting, 41st Annual ESAO Congress, 2014, Roma (Italia).

他4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 (工学院大学総合研究所・首都大学東京システムデザイン学部)
Hiromichi FUJIE (Kogakuin University, Tokyo Metropolitan University)

Keywords: Stem cell-based self-assembled tissue (scSAT), Tissue repair, Nano periodic structure, Anisotropic property

1. 緒言

ヒト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⁾は軟骨・腱・靭帯の新たな再生医療材料として期待されている。しかし、scSAT を軟骨修復に用いる場合、修復組織最表層におけるコラーゲン線維密度の不足により、組織の力学機能までは正常レベルまで回復できないことが課題となっている。また、腱や靭帯の修復に用いる場合、力学強度が不足しているため、組織の高強度化を行う必要があるという課題がある。これらの解決策として二つの方法が考えられる。ひとつは、軟骨・腱・靭帯と同様の構造異方性を組織に付与することである。もうひとつは、接着性に優れた培養基板上で scSAT を作製することで、細胞外基質の生成を促進させることである。両者を同時に満たすためには、ナノレベルの周期構造と粗さを併せ持つ培養基板上で組織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⁾。そこで本研究では、フェムト秒レーザーにより形成したナノ周期構造上で scSAT を作製し、組織の高強度化を図ると同時に、軟骨修復への応用について検討を行った。

2. 実験方法

2-1. チタン表面を用いたナノ周期構造の作製

湿式研磨を施した直径 19 mm、厚さ 1.0 mm の JIS2 種の工業用純チタン (Ti) 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 : サイバーレーザー (株)) を用いて、パルス時間幅 190 fs、レーザーフルエンス 0.5 J/cm²、走査速度 1200 mm/min の条件で Ti 上にナノ周期構造を作製した (Nano-Ti)。走査型電子顕微鏡 (SEM : JSM-6380LA, JEOL (株)) および原子間力顕微鏡 (AFM : VN-8000, キューエンス (株)) により、加工前後の表面を観察・測定した。また、作製した試料表面に対して、シリンジポンプから純水を 1 μL 滴下し、その時の接触角を接触角計 (Phoenix-300 : Surface Elector Optics) を用いて測定した。さらに、X線光電子分光分析法 (XPS : ESCA Quantum 2000, ULVAC-PH) を用いて 6.9×10^{-8} Pa の高真空中で X 線を試料表面から 10 nm の深さまで試料に照射し、Ti2p, O1s の各軌道から放出される光電子のスペクトルを記録した。各スペクトルから、検出範囲内における Ti, O (酸素) の構成原子割合を求めた。

2-2. PDMS へのナノ周期構造の転写

2-1 で作製した Nano-Ti 表面に対して、主剤と硬化剤の比率を 10 : 1 で調製したジメチルポリシロキサン (PDMS) を塗布して 65°C で 80 min 加熱し、その後、基板から剥離させることで PDMS 表面にナノ周期構造を転写した (Nano-PDMS)。

2-3. 幹細胞培養による scSAT の生成

作製した Nano-PDMS 基板上にヒト膝滑膜由来 MSCs を細胞密度 4.0×10^5 cells/cm² で播種し、アスコルビン酸 2 リン酸を 0.2 mM 添加して 14~28 日間培養を行い、その後、得られた組織を培養面から剥離して 1 時間自己収縮させることによって scSAT を作製した (Fig.1)。この時、ポリスチレン製組織培養皿で作製した試験片を PS 群、PDMS 上で作製した試験片を PDMS 群、Nano-PDMS 上で作製した試験片を Nano-PDMS 群とした。作製した試験片の表面を SEM で観察した。

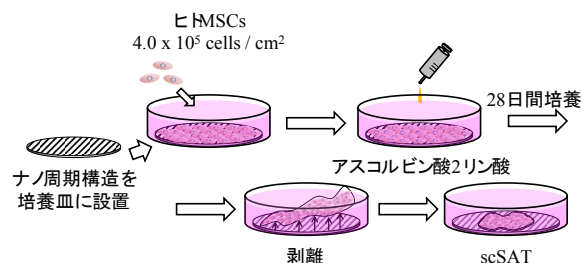


Fig.1 scSAT 作製手順

2-4. 引張試験

試験片の引張特性解析のため、齊藤らが作製した引張試験機³⁾を用いた。試験片は培養皿の溝方向と引張荷重を与える方向が同じになるように、リニアアクチュエータ (LAH-46-3002-F-PA, ハーモニックドライブシステムズ) 側と荷重検出側に接続したチャック部に挟み込み、幅が 6 mm になるよう両側を切り揃えた。リニアアクチュエータを用いて、プレロードを 4 mN 与えた後に、引張速度 0.05 mm/s で試験片が破断するまで荷重を与えた。引張荷重は 2 枚のひずみゲージ (KFG-02-120-C1-23, KYOWA) を貼った板バネ状の荷重センサで計測した。また、試験環境を生体に模擬するため、シリコンラバーヒータ (一般用 SR, スリーハイ) と温度コントローラ (ON-DO2, ワンダーキット) を用いて、37°C に保たれた PBS (-) 溶液中で試験を行った。28 日間培養した PS 群、PDMS 群、および Nano-PDMS 群の溝方向に対する引張試験を行った。

3. 実験結果

3-1. ナノ周期構造の観察結果

作製したナノ周期構造 (Nano-Ti) および未加工のチタン表面 (Ti) の表面観察像を示す。ナノレベルの微細な溝構造が形成されていることがわかる (Fig.2)。AFM により表面形状を測定した結果、Nano-Ti のピッチは 540 ± 54 nm、深さは 55.0 ± 23 nm、粗さ (R_a) は 27.0 ± 4.0 nm であった。Ti の R_a は 6.20 ± 1.1 nm であり、Nano-Ti の粗さは 4 倍以上に増大した。接触角測定の結果、Nano-Ti の接触角が Ti と比較して有意に低下して、より親水性になることがわかった。XPS により試料表面上の Ti, および O の構成原子割合を測定した結果、未加工の Ti 上の Ti, O はそれぞれ 30%, 70% であり、Nano-Ti と同じ値を示した。試料間に

おける化学組成の変化はなかった。

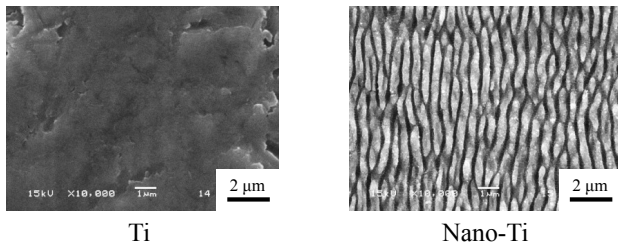


Fig.2 Ti (左) および Nano-Ti (右) の SEM 観察像

Nano-PDMS のピッチは 522 ± 9.1 nm, 深さは 48.1 ± 23 nm, R_a は 16.9 ± 4.7 nm であり, Nano-Ti 表面が PDMS に転写されていることが確認できた. PDMS の R_a は 0.7 ± 0.0 nm であった.

3-2. scSAT の観察結果

SEM による観察の結果, PDMS 群および Nano-PDMS 群は PS 群と比較して組織の密度が高いことが分かった (Fig.3). また高倍率において, Nano-PDMS 群は基質がナノ周期構造の溝に沿って配向している様子が確認できた.

3-3. 引張試験結果

破断強度は PDMS 群が 0.043 ± 0.006 MPa, Nano-PDMS 群が 0.075 ± 0.014 MPa, PS 群が 0.054 ± 0.012 MPa だった. Nano-PDMS 群の破断強度は他群と比較して有意に増大した. また, 応力-ひずみ線図から求めた線形部分の接線係数は, PDMS 群が 0.23 ± 0.07 MPa, Nano-PDMS 群が 0.55 ± 0.18 MPa, PS 群が 0.22 ± 0.09 MPa だった. Nano-PDMS 群は他群に比べて接線係数が有意に増大した (Fig.4).

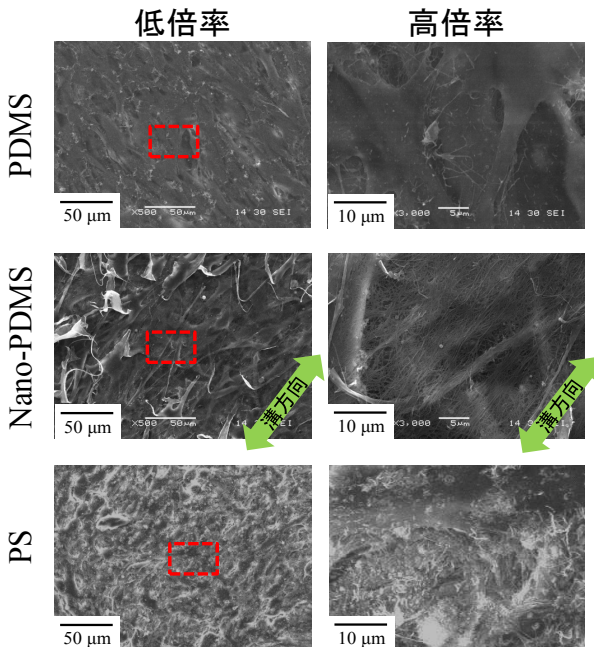


Fig.3 scSAT 表面の微細構造

4. 考察

Dongwoo らは, MSC から産生されるコラーゲン基質の産生量はチタン表面の粗さに依存し, 粗い表面であるほど産生されると報告している⁴⁾. Nano-PDMS は PDMS と比

較して粗い表面であることから, 組織の培養過程において細胞外基質の産生量が増加したことが考えられる. さらに, SEM による組織観察の結果から, Nano-PDMS 群は細胞が一方方向に配向していることが示された. Nano-PDMS 群が PDMS 群と比較して引張強度が増大した理由と考えられる.

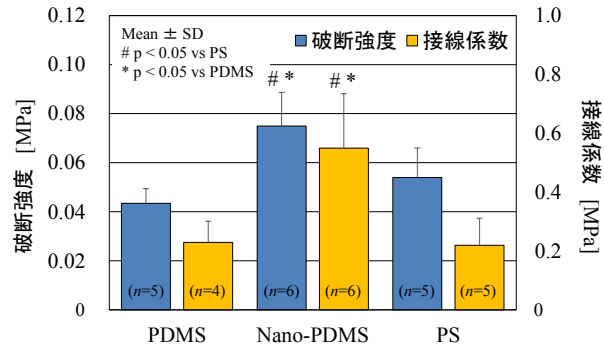


Fig.4 破断強度・接線係数測定結果

5. 結言

本研究では, フェムト秒レーザーにより形成したナノ周期構造上で培養を行うことにより, 幹細胞自己生成組織 (scSAT) を生成した. その結果, ナノ周期構造を転写した PDMS 上で培養・生成する scSAT は, 微細な線維組織が培養面の溝方向に配向し, 破断強度および接線係数が有意に増大する.

参考文献

- 1) Ando W. et al.: Biomaterials 28, 5462-5470, 2007.
- 2) Oya K. et al.: J. Appl. Phys. 51, 125203, 2012.
- 3) 斎藤 佳他: 臨床バイオメカニクス, 30, 1-4, 2009.
- 4) Dongwoo K. et al.: Biomaterials 33, 5997-6007, 2012.

査読付き論文

- 1) 谷 優樹, 大家 溪, 藤江裕道, 他, ナノ周期構造上で作製した幹細胞自己生成組織 (scSAT) の引張特性, 臨床バイオメカニクス, 2014; 35: 407-412.
- 2) 池谷基志, 大家 溪, 藤江裕道, 他, 組織再生材料 (TEC) / コラーゲンシート複合体の引張り特性, 臨床バイオメカニクス, 2014; 35: 401-406.
- 3) Shimomura K, Nansai R, Fujie H, et al., Osteochondral repair using a scaffold-free tissue engineered construct derived from synovial MSCs and a hydroxyapatite-based artificial bone, Tissue Engineering Part A, 2014; 20, 2291-2304.

学会発表

- 1) Ikeya M, Oya K, Fujie H, et al. Mechanical and structural properties of stem cell-based tissue engineered constructs (TEC) cultured with collagen sheets, 3rd International Scientific Tendinopathy Symposium (ISTS), 2014.
- 2) Tani Y, Oya K, Fujie H, et al. Tensile property of stem cell-based self-assembled tissues (scSAT) cultured on a nanoperiodic structured titanium surface, 7th World Congress of Biomechanics (WCB 2014), 2014.
- 3) 谷 優樹, 大家 溪, 藤江裕道, 他, ナノ周期構造上で培養・生成した幹細胞自己生成組織 (scSAT) の力学特性, 第 41 回日本臨床バイオメカニクス学会, 2014.
- 4) 池谷基志, 大家 溪, 藤江裕道, 滑膜細胞由来組織再生材料/コラーゲンシート複合体の高強度化, 第 27 回日本機械学会バイオエンジニアリング講演会, 2015.
- 5) 池谷基志, 大家 溪, 藤江裕道, 他, 組織再生材料 (TEC) のコラーゲンシートとの複合による高強度化, 第 41 回日本臨床バイオメカニクス学会, 2014.

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在る。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 26 年度においては Si および Mg などの半導体および金属基板を加工対象として, 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周期構造を付与した。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, ポーラス層厚さ, 組成など) をラインパターンとして付与し制御した細胞培養時の足場材料を作製し, Mg に関してはさらに Ca 添加など基板組成を変え, 生体親和性を評価した。

2. Si 微細構造の制御による細胞足場材料の伸展性および配向性への影響

2.1 研究の目的

細胞の接着や伸展には足場材料の微細構造が大きく影響を及ぼす。構造を制御した足場上で細胞を培養することで, 再生医療の分野においては形態を制御した組織の作製が期待できる。本研究では, シリコン(Si)基板全面にアノードエッチングでナノスケールのポーラス Si, あるいはライン状にポーラス Si を作製し, 足場の構造や大きさによって細胞の形態がどのような影響を受けるか, 特に細胞の伸展性および配向性に関して足場構造の影響を明らかにすることを目的とした。

2.2 実験方法

Si (100)基板(p 型, $\leq 0.01 \Omega \text{ cm}$)を超音波照射下でアセトン脱脂後, HF にて自然酸化皮膜を除去した。HF (46 wt %) : イソプロピルアルコール(IPA) = 1 : 1 (vol %)または HF (46 wt %) : IPA = 1 : 4 (vol %)の二種類の混合溶液にて, 90 s 定電流電解を施し, 基板全面にポーラス Si を作製した。作製したポーラス Si は表面濡れ性 (接触角) を測定した。一方, Si 基板上に周期 100 μm , 開口幅 50 μm のフォトレジスタマスクを作製し, 同様の混合溶液にて定電流電解(90 s)を施し, ポーラス Si から成るラインパターンを作製した。これら作製した基板上にマウス由来骨芽細胞(MC3T3-E1 細胞)を播種してインキュベータ内にて培養(24 h)を行った。培養後, 固

定した細胞を, ギムザ溶液で染色し, 光学顕微鏡にて細胞の形態および配向性を評価した。

2.3 結果および考察

図 1 に, アノードエッチングで Si 基板全面にポーラス Si を作製し, 細胞培養した後の光学顕微鏡像と作製した基板の水滴接触角を示す。電解時間 90 s で深さが 2 μm のポーラス Si が形成された。平滑な Si 表面の接触角は 66° であり, 図 1a の接触角は 56° , 図 1b の接触角は 123° であった。光学顕微鏡による細胞観察から, 濡れにくい表面より濡れやすい表面のほうが細胞の伸展が良好であった。図 2 に, 同様の条件で Porous Si を周期 100 μm , 開口幅 50 μm のライン状に作製し, 24 h 細胞培養を行った結果を示す。図 1 と比較すると, どちらの条件でもラインに沿って細胞が配向していた。図 2a の条件では接触角のより低いポーラス Si 上で伸展が見られたのに対し, 図 2c の条件では接触角のより高いポーラス Si 上への伸展が見られず, 平滑な Si 上で配向している細胞が多く見られた。これは, Si の表面とポーラス Si の表面の濡れ性が異なるため伸展方向に選択性が生じたと考えられる。以上より, 濡れやすい表面のほうが細胞の伸展が良好であり, またライン状にポーラス Si を作製することによって細胞の配向性が観察された。

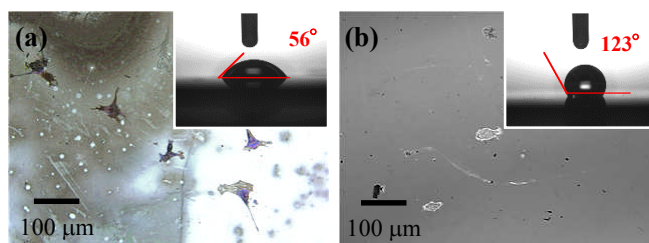


図 1 アノードエッチングした Si 基板上で 24 h 培養した MC3T3-E1 細胞。挿入図は各基板の水滴接触角。(a) ポーラス Si(HF : IPA = 1 : 1), (b) ポーラス Si(HF : IPA = 1 : 4)

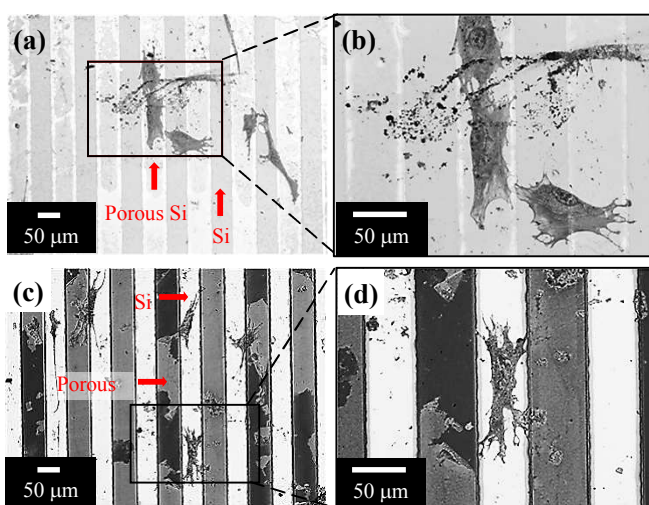


図 2 ラインパターン状のポーラス Si にて 24 h 培養した MC3T3-E1 細胞 (a) ポーラス Si(HF : IPA = 1 : 1), (b) 図 2a の拡大像, (c) ポーラス Si(HF : IPA = 1 : 4), (d) 図 2c の拡大像

3. Effect of Ca on corrosion resistance and bioactivity of anodic oxide film formed on AM60 magnesium alloys

3.1 Introduction

Alloying with Ca has attracted significant interest not only in engineering application for improving thermal stability and mechanical properties of Mg alloys but also in biomedical implant for reducing the corrosion rate and accelerating formation of new bone during implantation. Study on binary MgCa alloy have shown that the α -Mg phase grain boundaries were enriched by second phase Mg_2Ca which contributed in reducing corrosion rate and enhancing the apatite forming ability, so-called bioactivity, in simulated body fluid (SBF). [1] In commercial alloys, addition of 1 and 0.4 % Ca in AZ91 and AZ61 alloys respectively also improved corrosion resistance of the alloys as a result of reduction in the number and size of $Mg_{17}Al_{12}$ precipitate and formation of new phase Al_2Ca along grain boundaries. [2] In this work, the effects of Ca on corrosion behavior and *in-vitro* bioactivity of as-received and anodized surfaces of AM60 alloys in Na_3PO_4 solution by Plasma Electrolytic Oxidation (PEO) were investigated.

3.2 Experimental

The specimens used were rolled plates AM60 alloys containing 0, 1, and 2% Ca. Anodizing was done by PEO in $0.5 \text{ mol dm}^{-3} Na_3PO_4$ solution at a constant current of 200 A m^{-2} at 25°C . Prior to anodizing, pretreatment was applied by dipping the specimen in acid solution (8 vol% HNO_3 - 1 vol% H_3PO_4) followed by a subsequent dipping in a hot alkaline solution (5 wt% NaOH). Surface characterization was performed by FESEM and EDX while the crystalline composition phases were analyzed by XRD. Corrosion behavior was evaluated by polarization tests in 0.9 mass% NaCl solution at 37°C and immersion in SBF at 37°C for 1 and 2 weeks. The bioactivity after SBF immersion was also analyzed by EDX.

3.3 Results and discussion

The surface microstructure of AM60 alloy exhibited grain boundary (GB) precipitates of $Al_{12}Mg_{17}$ and Al_6Mn particles about $1 \mu\text{m}$ size. Addition of Ca increased the number and size of precipitates along GB and induced formation of new phase Al_2Ca along GB. During anodizing, the Ca containing alloys had longer life time of the intense plasma that formed above the breakdown voltage ($\sim 100 \text{ V}$). The density of the plasma was high and hence responsible for uniform thickening of anodic oxide film. The plasma life time increased with Ca content in the alloy and as a consequence the onset of big plasma occurrence shifted from 8 min in AM60 to 10 and 12 min for AM60-1Ca, and AM60-2Ca alloys respectively. The big plasma led to fast thickening of oxide film at local sites. The average film thickness resulting from 20 min anodizing was 42, 36, and $34 \mu\text{m}$ for AM60, AM60-1Ca, and AM60-2Ca respectively. The oxide film composed of $Mg_3(PO_4)_2$ and $Mg(PO_3)_2$ as analyzed by XRD.

The polarization test results on as-received specimens indicated that the presence of 1 and 2 wt% Ca in the alloy did not give significant effect on the corrosion behavior of AM60 alloy. The corrosion potential of AM60 and AM60-1Ca was similar at $-1.57 \text{ V}_{Ag/AgCl}$ and slightly higher at $-1.54 \text{ V}_{Ag/AgCl}$ for AM60-2Ca. Meanwhile, the anodized specimens had higher corrosion potential in the range -1.55 to $-1.50 \text{ V}_{Ag/AgCl}$ and lower corrosion current in the range 5×10^{-7} to $-8 \times 10^{-7} \text{ A/cm}^2$ compared to the as-received specimens with corrosion current between 2×10^{-5} to $5 \times 10^{-6} \text{ A/cm}^2$. Immersion in 1.5SBF for 1 week promoted uniform corrosion and formation of visible pits in the as-received AM60-1Ca and AM60-2Ca specimens while only uniform

corrosion was viewed in the base alloy. For anodized specimens, no visible pit or corroded area was seen on any of the specimens after 1 week immersion. The Ca and P concentration detected on as-received AM60-1Ca and AM60-2Ca after immersion in SBF was significantly high than that of on base alloy surface as analyzed by EDX. Meanwhile on anodized specimens, higher Ca concentration was detected on the film surface of Ca-containing alloys particularly in AM60-1Ca than that of on the film formed on base alloy. Ca and P deposition was initiated in the vicinity of voids and cracks in the oxide.

3.4 Conclusions

Polarization measurements indicated that the corrosion behavior of AM60 alloys was not affected significantly by addition of Ca in the alloys. Among the three alloys, the highest bioactivity was obtained in AM60-1Ca for both as-received and anodized specimens.

3.5 References

1. Z. li, X. Gu, S. Lou, Y. Zheng, *Biomaterials*, 29, 1329-1344 (2008).
2. G. Wu, Y. Fan, H. Gao, C. Zhai, Y. P. Zhu, *Mater. Sci. Eng. A*, 408, 255-263 (2005).

4. 今後の研究計画

今後も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系統的な評価を実施する。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継続的に進める。

5. 平成 26 年度業績リスト

査読付き論文

- 1) T. Masuda, H. Asoh, S. Haraguchi, and S. Ono, Fabrication and characterization of nanoporous anodic α -alumina membrane adaptable to extensive range of pore diameter, *Materials*, 掲載決定, 印刷中
- 2) Y. Mori, A. Koshi, J. Liao, H. Asoh and S. Ono, Characteristics and Corrosion Resistance of Plasma Electrolytic Oxidation Coatings on AZ31B Mg Alloy Formed in Phosphate - Silicate Mixture Electrolytes, *Corrosion Science*, 88, 254 (2014)
- 3) H. Asoh, S. Kotaka and S. Ono, High-Aspect-Ratio Vertically Aligned GaAs Nanowires Fabricated by Anodic Etching, *Materials Research Express*, 1, 045002 (2014)
- 4) 阿相英孝, 小野幸子, アルマイトの機能化を支える基盤技術 (総説) 表面技術, 65, 406 (2014)
- 5) 増田達也, 阿相英孝, 原口 智, 小野幸子, アノード酸化と熱処理により作製したナノポーラス α -アルミナメンブレン, *Electrochemistry*, 82, 448 (2014)
- 6) S. Ono, M. Nakamura, T. Masuda and H. Asoh, Fabrication of Nanoporous Crystalline Alumina Membrane by Anodization of Aluminum, *Materials Science Forum Vols.*, 783, 1470 (2014)

解説論文

- 1) 阿相英孝, 小野幸子, アノード酸化ポーラス皮膜のバイオ・医療分野への応用, 静電気学会 38, 248 (2014)
- 2) 小野幸子, 電子顕微鏡で見るアルミニウムポーラスアノード酸化皮膜のかたちの魅力, 軽金属 64, 348 (2014)

学会発表

国際会議講演 24 件 (内招待講演 5 件)
国内会議講演 39 件 (内招待講演 9 件)

Ⅲ. 新機能表面・構造の流体・エネルギー分野への応用

3.1 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

近年レーザレーサーに代表される新型競泳水着の出現により、スポーツウェア開発の分野が注目されている。ウェアによってタイムが短縮されることが証明された。競泳種目に限らず100分の1秒を争う競技においてウェアの性能の向上を追求していくことが重要である。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など世界でもスポーツウェアに関する注目度は高い。昨年度は布地の素材、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模索したが、本年度はウェアの縫い目の位置による抵抗軽減、ダボつきの違いでどのように流体力抵抗が変化するかを観察・考察し、さらに実際のウェアに適応してあるスポーツにおいての速度域で最良なウェアを提案することを目的とする。

2. 実験方法

空気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種類があるが、縫い目、ダボツキの様態によって変化する圧力抵抗に関して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の仕組みを利用して布地の微細な変化を抵抗変化に換算して調べた。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。供試布地は前年度において低抵抗であった布地で統一し、抵抗を計測した。

2.1 縫い目の模擬 ウェアの縫い目の影響はすでに確認されているが、ウェア上への縫い目位置を再現するにはコストがかかるため、のようにφ0.7のタコ糸の糸をマスキングテープで布地に貼って縫い目の効果と比較した。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示す。

2.2 布地のたるみ ウェアの身体との余裕、ダボツキは布地の縫い目同様に圧力抵抗に大きな影響があると考え、外周方向に5~20%の余裕、また外周5%余裕を

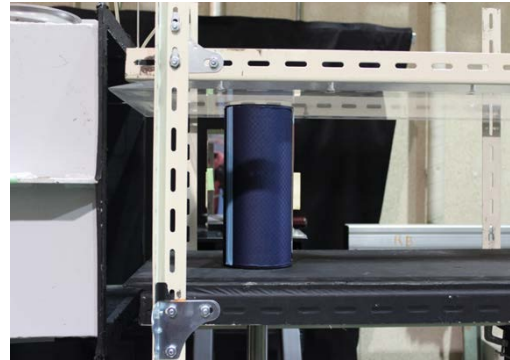


Fig.1 Experimental setup for pressure drag and seam simulated thread pasted by masking tape

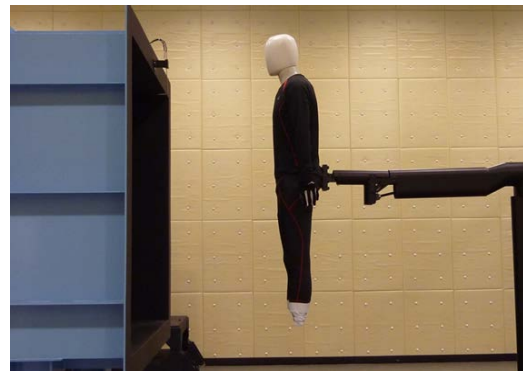


Fig.2 Spots wear drag experiment setup at Tsukuba university wind tunnel facility

与えた状態でスパン方向に5~20%の余裕を布地長さにて与えて圧力抵抗の変化を計測した。0.1%最大風速56m/sのゲッチングン型筑波大大型風洞施設を借りて、マネキンに全身タイツを着せて、側面の曲面部分の30°、60°位置に縫い目としてタコ糸を1本、2本、立体的に3本、フラットに5本とマスキングテープでφ0.7のタコ糸を縫い目に模擬した全身タイツを着せたマネキンの圧力抵抗の状態を計測した。

3. 実験結果および考察

3.1 縫い目の模擬による C_D 図3は流れに逆らうように縫い目をつけた布地による C_D 変化を示し, 図4はタコ糸を縫い目として模擬した C_D 変化を示す. いずれにおいても縫い目位置前方からの縫い目位置 60° に $Re=0.6 \times 10^5$ 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. また異なる角度で比較したものについても多少の違いはあるが, ほぼ同等の効果が認められ縫い目を $\phi 0.7 \text{ mm}$ 程度のタコ糸で模擬するこ

2.3 ウェア抵抗試験 計測胴 1.5m 角, 乱れ強さとは可能であると考えられる.

3.2 布地のたるみ 布地のたるみ余裕を円筒周長に対する布地長さ別の特性で表し, それによる $Re-C_D$ の違いを図5に表す. それぞれのダボ付きレイノルズ数に関係なくほぼ一定の値を示している. この値と傾向から, 布地表面に生じるヒダと揺らぎの影響で境界層剥離が円柱上流で生じたものによると考えられる.

さらに周囲の余裕が増えるに従ってトータルとしての C_D の値も増加していることがわかる. 周囲の布地余裕がハタメキを起こし, 境界層表面でフラッタリング現象を招くために余裕があるほど C_D が増加すると思われる.

2.3 ウェア抵抗試験 図6に様々なタコ糸によるマネキン側面部に模擬した縫い目によるマネキンの C_D を示す. 円柱側面における縫い目位置では見られたドラッグクライシスもマネキンでは現れず, ほぼフラットな C_D として示されている. 圧力抵抗の元となる物体から生じる乱れ域は, マネキンにおいては腕の影響が縫い目による乱れ幅を吸収してしまったと考えられる.

5. 結言

スポーツウェアの抵抗について単純な円柱においては縫い目, たるみの影響が大きいことが確認されたが, ウェアには影響しないことがわかった.

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

学会発表

- 1) 伊藤 慎一郎, 安井 聡, 岸野 充, 田原 洋海, スポーツ用機能性生地の開発, 日本機械学会 2014 年度年次大会, 2014.9, 東京電機大学 (東京都)
- 2) 伊藤 慎一郎, スポーツウェア布地の流体力学特性, 日本流体力学会年会 2014, 2014.9, 東北大学 (宮城県)
- 3) 伊藤 慎一郎, 安井 聡, 岸野 充, 田原 洋海, スポーツウェア布地の流体力学特性, 日本機械学会, シンポジウム: スポーツ・アンド・ヒューマン・ダイナミクス 2014, 2014. 10, アオーレ長岡 (新潟県)

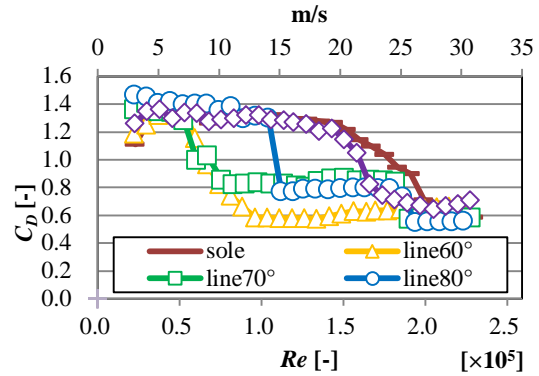


Fig.3 Drag coefficient difference by seam angle

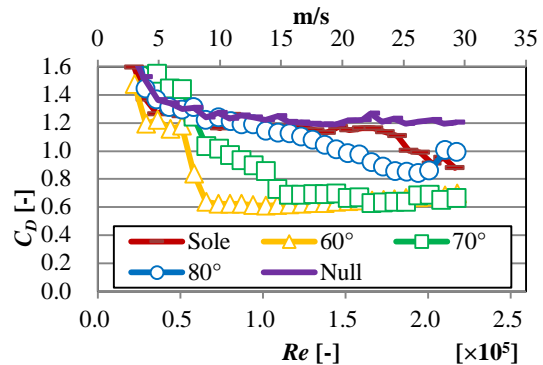


Fig.4 Drag coefficient difference by seam simulated thread

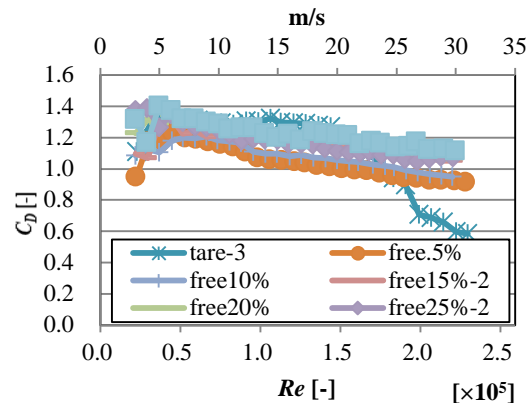


Fig.5 Effect of drag coefficient by circumferential loose

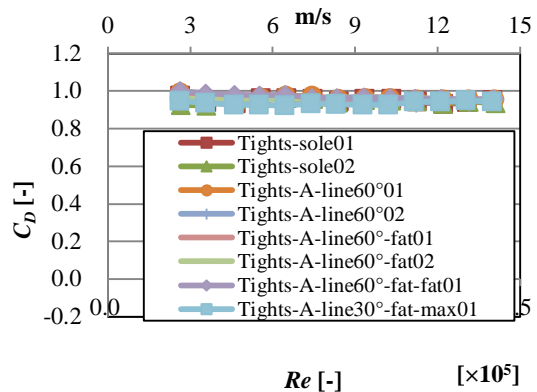


Fig.6 Drag coefficient of tights wear with different seam thread positions

3.2 流体機能の創成とマイクロ推進体への応用

Production of Fluid Function and Their Applications to Thrusters

佐藤 光太郎

Kotaro SATO

Keywords : Synthetic Jet, Asymmetric Geometry, Velocity Distribution, Beak-shaped Slot

1. 緒言

噴流を利用した流れの制御に関する研究⁽¹⁾が盛んに行われ、噴流による境界層・失速制御、循環制御、抵抗低減など様々な試みがなされている。一方で、連続噴流と同等の機能を有するシンセティックジェットを利用して流れを制御する研究も始まっている⁽²⁾⁻⁽⁴⁾。既に翼負圧面にシンセティックジェット・アクチュエータを取り付け翼の失速制御⁽²⁾が行われてきた他、平均流の発生条件や生成メカニズム、基本流動特性に関連した噴流構造や非正常特性などが議論され一定の成果が報告されている⁽³⁾⁻⁽⁴⁾。

しかし、シンセティックジェットの基本流動特性に及ぼす流れ場の非対称性の影響に着目した報告は多くない。噴流構造を調べたものでは、剛体壁近傍における二次元シンセティックジェットの挙動をコアンダ効果に注目して行われた研究報告など、広い領域で流れ場の境界条件が非対称になっている場合がほとんどである。

本研究は推進器の姿勢制御への応用を目指して、くちばし形状非対称スロットにより生成される二次元シンセティックジェットの流動特性解明を試みる。ここでは実験並びに数値計算がなされた。すなわち、限られた領域での非対称性が流れ場に及ぼす影響について調べる。主に、スモークワイヤ法による流れ場の可視化実験結果と数値計算で得られた速度ベクトルにより、くちばしの有無、連続噴流とシンセティックジェットのフローパターンを比較する。

2. 実験装置及び方法

Fig.1 に本研究で使用した実験装置の概略図を示す。シンセティックジェットはシグナルジェネレータ(MCP LG1100D)で出力した波形をアンプ(Classic Pro V3000)で増幅し、スピーカ(DIECOOK DD-15L)を駆動させて生成した。一方、連続噴流は、ブロワ(富士電機モータ VFZ501A)を用いてプレナムタンク内に送風することにより生成した。作動流体は空気である。ここではスロット上下をアクリル板で挟み込むことにより、概ね二次元流れが再現されている。流速計測には熱線流速計(KANOMAX IHW100)およびトラバサ(中央精機 ALS-230-C2P)を使用し、流れの可視化に

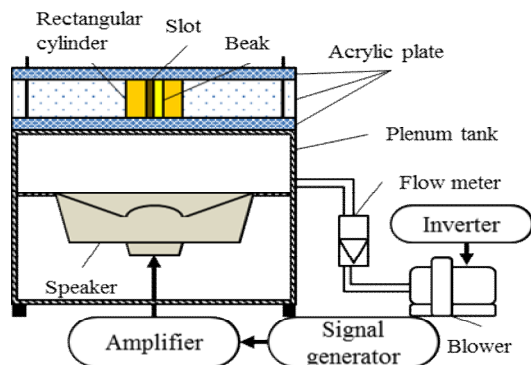


Fig.1 Schematics of experimental equipment

はスモークワイヤ法を適用した。

Fig.2 にスロット部の拡大図を示す。くちばし形状はスロット片側に三角柱を接着させることにより実現した。ここではスロット幅 b_0 、くちばし長さ c 、無次元くちばし長さ $C=c/b_0$ とし、整理する。本研究では $b_0=5\text{mm}$ 、 $c=25\text{mm}$ の結果を示す。なお、スモークワイヤ法による可視化実験の際には流線の画質確保のためレイノルズ数を $Re_{U_0}=990$ とした。

3. 数値解析

数値解析には非構造格子系熱流体解析システム SGRYU / Tetra for windows [(株)ソフトウェアクレイドル]を用いた。乱流モデルには $k-\epsilon$ を適用し、二次元非圧縮粘性流れを仮定して流れ場の解析を行った。数値解析ではレイノルズ数を $Re_{U_0}=2480$ として計算を行った。

Fig.3 に本研究で用いた計算モデルと計算条件を示す。境界条件としてスロット出口には流速規定条件 ($u_{s0} = U_{sa} \sin \omega t$) を、計算領域出口境界 ($x=400b_0$) には圧力一定条件を与えた。また、スロットのくちばし部および剛体壁には non-slip 条件、上側境界 ($H_1=336b_0$) および下側境界 ($H_2=336b_0$) にはそれぞれ一定流速 $v_w=-0.05U_{s0}$ 、 $0.05U_{s0}$ を境界条件として与えた。なお、本計算に用いたグリッド数は約 300,000 である。

4. 結果及び考察

Fig.4 から Fig.7 に連続噴流 (Fig.4, 6) および $L_0=30$ におけるシンセティックジェット (Fig.5, 7) のフローパターンの典型例を示す。Fig.4, 5 にスロット部にくちばしを取り付けられていない標準形状スロット、Fig.6, 7 にくちばし形状スロットに対する結果を示す。(a)はスモークワイヤ法により得られた流れ可視化実験結果、(b)は数値計算で得られた時間平均速度ベクトル図である。可視化実験と数値計算とでレイノルズ数が異なるため、単純な比較はできないものの、いずれの図においても実験結果と数値計算

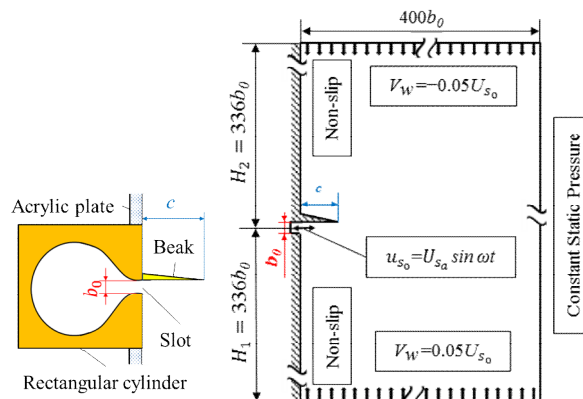


Fig.2 Geometry of slot

Fig.3 Numerical simulation domain and boundary conditions

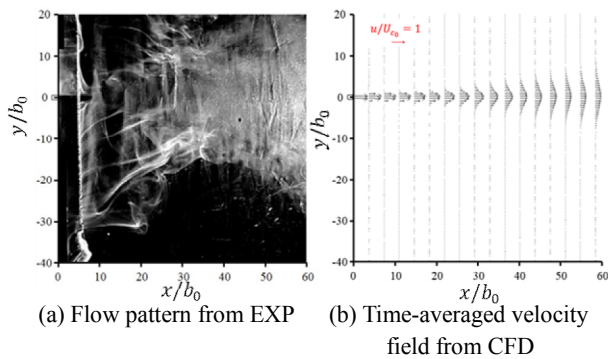


Fig. 4 Flow pattern of continuous jet from EXP and CFD results($C=0$)(EXP: Experiment, CFD: Numerical simulation)

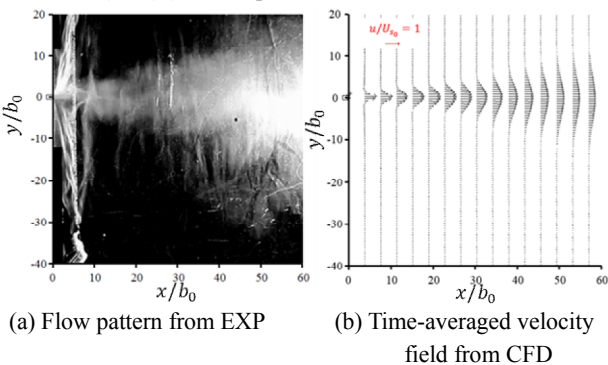


Fig. 6 Flow pattern of synthetic jet from EXP and CFD results ($C=0, f=50, L_0=30$) (EXP: Experiment, CFD: Numerical simulation)

結果に大きな相違は認められず、本研究の条件範囲では実験結果と数値計算結果が良好に一致していることがわかる。

標準形状スロットの場合である連続噴流の Fig.4 とシンセティックジェットの Fig.5 ではガウス分布で近似される上下対称速度分布を保ちながら下流になるにしたがって噴流幅が増加するなど典型的な自由噴流の流れ場が形成されている。非定常特性を考慮した詳細な比較をしなければ、両者に明確な違いは確認できない。このことはスロット近傍の流れ場や噴流幅の拡大角度を除き、連続噴流とシンセティックジェットは類似であるとしているこれまでの研究報告にも一致している。

次にくちばし形状スロットの連続噴流の挙動 Fig.6 について見ると、(a)の実験結果と前述の2条件での結果とに差異は見られない。(b)の時間平均速度ベクトル図では噴流中心が下流側でわずかに下方に移動しているものの、噴流構造に及ぼすスロットの非対称性の影響は極めて小さいものと考えられる。

一方、くちばし形状スロットのシンセティックジェットである Fig.7 では(a)実験結果、(b)数値計算結果ともにスロット下方に時計回りの渦領域を形成しており、これまでの3条件の流れ場とは明確に異なっていることがわかる。くちばしの存在により噴出時に渦対の互いの誘起速度による並進運動が抑制されるだけでなく、吸引時には主に下側から吸い込み、くちばし先端では時計回りの渦生成がなされることから、対称性が大きく崩れた流れ場が形成されるものと考えられる。これらの結果から、シンセティックジェットの流動はスロットの非対称性により制御可能であることが推察される。

5. 結言

本研究ではスロット形状と連続噴流・シンセティックジェットの流動特性との関係について実験並びに数値計算により解明を試みた。くちばし形状スロットでの連続噴流は

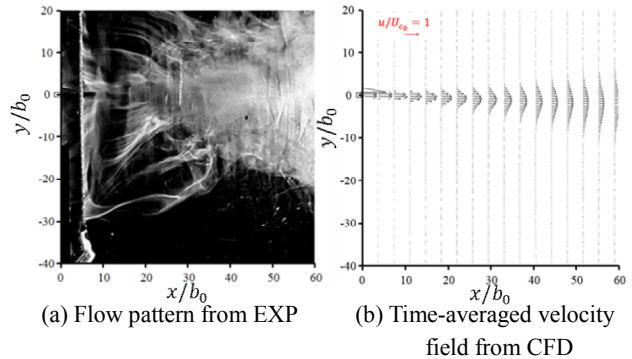


Fig. 5 Flow pattern of continuous jet from EXP and CFD results($C=5$)(EXP: Experiment, CFD: Numerical simulation)

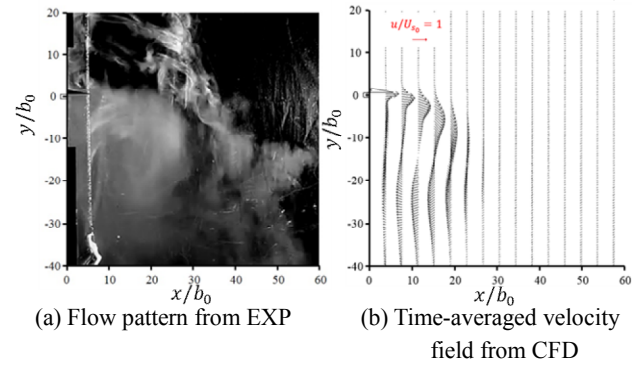


Fig. 7 Flow pattern of synthetic jet from EXP and CFD results ($C=5, f=50, L_0=30$) (EXP: Experiment, CFD: Numerical simulation)

標準スロットでの噴流とほぼ等しいのに対して、くちばし形状スロットのシンセティックジェットはスロット下方に時計回りの渦領域を形成し、いわゆる自由噴流とは明確に異なることを示した。

参考文献

- [1] 社河内敏彦, 噴流工学—基礎と応用—, 森北出版 (2004).
- [2] Duval, R., Hay, A., and Visonneau, M., “Optimal Location of a Synthetic Jet on an Airfoil for Stall Control”, *Journal of Fluid Engineering*, Vol. 129 (2007), pp.825-833.
- [3] 高曾徹, 木下卓也, “環状シンセティック・ジェット・アクチュエータによる噴流の形成”, *日本機械学会年次大会講演論文集*, Vol.2 (2006), pp.211-212
- [4] Holman, R., and Utturkar, Y., “Formation Criterion for Synthetic Jets”, *AIAA Journal*, Vol. 43, No.10 (2005), pp. 2110 -2111

査読付き論文

1. Koichi NISHIBE, Tamio FUJIWARA, Hiroshi OHUE, Hideaki TAKEZAWA, Kotaro SATO and Kazuhiko YOKOTA, Synthetic jet actuator using bubbles produced by electric discharge, *Bulletin of the JSME, Journal of fluid science and technology*, Vol.9, No.3, [DOI:10.1299/jfst 2014jfst003 3], 2014 他3編

学会発表

1. Takahiro Iwasaki, Koichi Nishibe, Kotaro Sato, Kazuhiko Yokota, Donghyuk Kang, A Study on the Coanda Effect and the Thrust Characteristics of Synthetic Jets, *Proceedings of the ASME 2014 4th Joint US-European Fluids Engineering Division Summer Meeting and 11th International Conference on Nanochannels, Microchannels, and Minichannels FEDSM2014*, August 3-7, 2014, Chicago, Illinois, USA 他 19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～

—滴状凝縮熱伝達に及ぼす MEMS 加工面（各種金属面）の影響の定量化—

Creation and Application of Phase-Change Heat Transfer by using MEMS technology

～Enhancement and Control of Phase-Change Heat Transfer by MEMS Technology～

—Effect of Several Metal Sputtered Surface on Drop-wise Condensation Heat Transfer Quantitatively—

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

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。

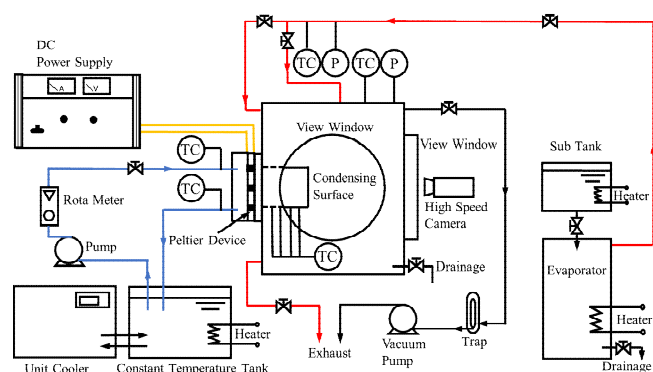


Fig. 1 Experimental apparatus

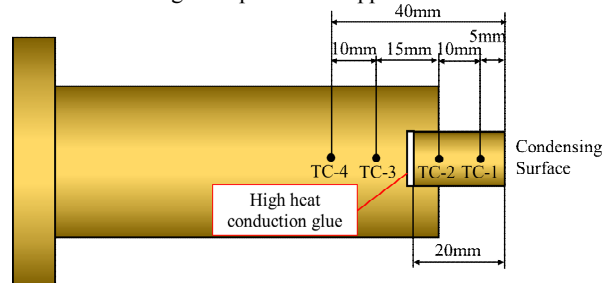


Fig. 2 Test Section

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 Cu, Cr, Ti, Ag, Pb, SiO₂ 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⁽⁴⁾。 k_f は熱伝達率 [W/m²K]， ρ_f は密度 [kg/m³]， 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 に過冷度と熱伝達率の関係を示す. この時, 液滴が円形, もしくは楕円形を保ちながら凝縮面上に独立しながら点在し, 凝縮面下部に大型の液溜まりを形成せず液滴が離脱している状態を『滴状凝縮』, 凝縮面全体か, もしくは半分程度以上の多くの面をフラットな液膜が覆い, 凝縮面下部に液溜まりを形成しながら液滴が離脱している状態を『膜状凝縮』とした. Fig. 3 から, 実験直後『Cu-bare(Cu ブロック), Cu(Cu スパッタ), Cr(Cr スパッタ), Ag(Ag スパッタ), Pb(Pb 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, Cu』凝縮面は大部分を水膜で覆われている. この原因として, 滴状凝縮を促していた凝縮面表面の不凝縮ガス(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『Cu』, 『Ti』において膜状凝縮となった. SiO₂ のスパッタ条件に関しては, 実験開始から膜状凝縮を示していたが, 実験中に凝縮面から薄膜が剥離してしまった. スパッタリング加工における成膜には金属同士で相性があり, Cu と SiO₂ は相性が悪いために薄膜の接着力が弱いことが考えられる. また, 凝縮形態が滴状凝縮になった条件と膜状凝縮になった条件を分けてみると, Tab.1 にまとめたように, 実験後の接触角が 65.1°, 72.2° となった凝縮面条件を境として滴状, 膜状と凝縮形態がきれいに分かれる結果となった.

Fig.4 に示す通り, 低い過冷度において滴状凝縮となった場合, 熱伝達率においては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, Cu, Ti での結果では凝縮形態は膜状凝縮を示しているにもかかわらず, その熱伝達率は理論値より十数倍~数十倍高い数値を示している. この原因として, 蒸気流を凝縮面に流すことにより, 凝縮面上に存在する液膜を除去して液膜の離脱頻度が上昇していることや, 凝縮面直径が小さい為に, 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. また, 膜状凝縮と比較して滴状凝縮における熱伝達率の値は過冷度の上昇に対する値の低下が大きい. これは, 現状の冷却システムでは滴状凝縮の高い熱伝達率により高温になった凝縮面の冷却が間に合わず, 銅ブロック内部の温度勾配が緩やかになっているせいではないかと考察する. 原因としては銅ブロック背面に取り付けたペルチェ素子の出力不足や, 冷却側と凝縮面側の 2 つの銅ブロックを接着している熱伝導接着剤が熱伝達の妨げになっていることが考えられる.

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 時間程度経過後, 『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ものの, 『Cr』, 『Ag』, 『Pb』は滴状凝縮を維持した. 膜状凝縮, 滴状凝縮いずれの熱伝達率も理論値と比較して十数倍~数十倍高い値を示し, 膜状凝縮を示した Ti においては過冷度が高くなるにつれて理論値に近い値となった.

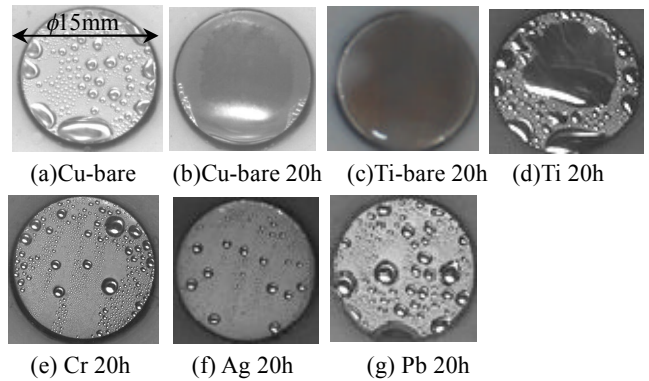


Fig. 3 Condensation of the Block Surface

Tab.1 Contact Angle and Surface Roughness

Surface condition	Contact Angle[°]		Surface Roughness[μm]		Condensation Forms
	Before	After	Before	After	
Ti-bare	83.6	57.1	—	—	FWC
Cu-bare	64.9	60.9	—	—	FWC
Cu-sputtering	63.2	62.2	—	—	FWC
Ti-sputtering	56.1	65.1	0.78	1.34	FWC
Pb-sputtering	65.5	72.2	1.25	1.32	DWC
Cr-sputtering	63.9	75.3	1.13	1.94	DWC
Ag-sputtering	53.7	81.5	0.39	1.32	DWC

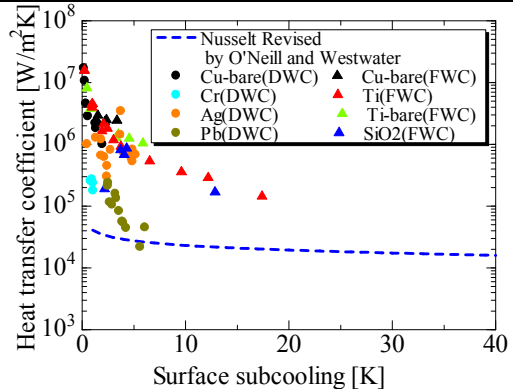


Fig. 4 Heat Transfer Coefficient vs Surface subcooling

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

Kei Oda・Hiroyasu Ohtake・Koji Hasegawa, “Effect of Pressure on Boiling Heat Transfer Mechanism by Using MEMS Technology”, The 22nd International Conference on Nuclear Engineering, ICONE22-30558, (2014-7)

学会発表

矢部・御子柴・大竹・長谷川, 凝縮熱伝達に及ぼす MEMS 加工面(微細加工面)の影響, 日本混相流学会 混相流シンポジウム 2014, (2014-7)

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)

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で覆われており、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、医療、ヘルスケア等に应用することを目指す。

平成26年度は、アメンボを規範とした水面移動ロボットに関して、支持脚の撥水性と、水面における支持力、推進力、流体抵抗などの関係を実験と理論により明らかにし、その結果に基づいてロボットの設計、製作を行った。

2. 水面における支持力と流体抵抗の理論⁽¹⁾

図1は、水面上のアメンボの脚を円柱としてモデル化したものであり、円形断面に働く力を示している。単位長さの脚に働く支持力 F は、浮力成分 F_B と表面張力成分 F_S の和となる。浮力成分 F_B は、固体と液体の界面に働く圧力 p の鉛直成分を積分したものであり、脚の上部の空間 (S_1 部分) から排除された水の重量に等しい。また、表面張力成分 F_S は固体・液体・気体の境界である3重線に沿って、水面の接線方向に働く表面張力 γ の鉛直成分となり、これが水面のくぼみ (S_2 部分) によって排除された水の重量に等しいことが数学的に導かれる。

$$F_B = \rho g S_1 \quad (1)$$

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

$$F = F_B + F_S = \rho g (S_1 + 2S_2) \quad (3)$$

式(3)は、「水面上の物体に働く支持力は、物体によって排除された水の重量に等しい」というアルキメデスの原理が、表面張力成分を含めて成り立つことを示している。また、浮力成分は脚の直径により増加するが、表面張力成分は $\theta_0 = 90^\circ$ のときに最大値 $2\gamma = 145.5 \text{ mN/m}$ (20°C) を取り、脚の直径にはよらないため、脚が細くなるほど表面張力成分の割合が増加する。

また、水の圧力 p は深さに比例し、かつ水面の曲率に比例することから、水面は「曲率が深さに比例する曲線」となり、水面曲線の式 $z = f(x)$ は、式(4)を満たす。

$$p = -\rho g z = -\frac{\gamma f''(x)}{\{1 + f'(x)^2\}^{3/2}} \quad (4)$$

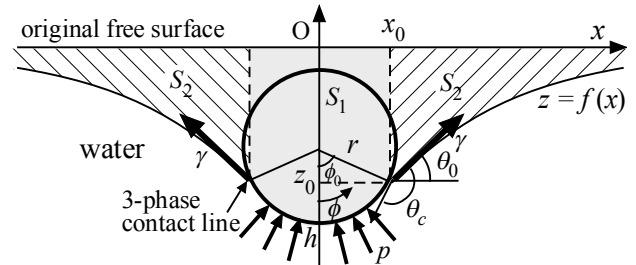


Fig.1 Model of the supporting leg on the surface of water.

また、図2のように、水面上で円柱状の脚を水平に動かしたときの流体抵抗は、圧力抵抗、粘性抵抗、前後非対称な水面の表面張力、付加質量による慣性力、表面張力の勾配によるマランゴニ力、表面弾性波などの要因が考えられる。しかし、昨年度に報告したように、実際に $0 \sim 300 \text{ mm/s}$ の速度で実験を行うと、圧力抵抗が支配的になる。脚を水平に動かすと水面は図2のように変形し、水面の窪みと盛り上がりを考慮した投影面積 $A = (d + h)l$ を用いると、水面から受ける水平力はほぼ式(5)に従う。

$$F_D = \frac{1}{2} C_D \rho A U^2 \quad (5)$$

抗力係数は、実験より $C_D = 0.125$ と求められた。また、脚表面がある程度撥水性が高ければ、流体抵抗は接触角にはよらないこと、撥水性が低いと水没しやすくなること、水没すると流体抵抗が減少することなども確認された。

アメンボは、前脚と後脚で体重を支持し、中脚で水面の窪みを後方に蹴って駆動力を得ている。駆動脚では、脚を横に長く張り出して投影面積を稼ぎ、水面を破らない範囲で深く速く蹴ることが有効であり、支持脚は投影面積を小さくして抵抗を減らすことが有効である。

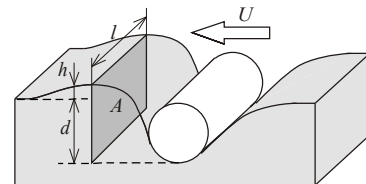


Fig.2 Fluid resistance on the surface of water

3. ロボットの脚の支持力と抗力の測定

アメンボの脚を模擬したワイヤ状の撥水脚を製作し、水面上での支持力と抗力を測定した。支持脚は図3のような楕円形とし、直径 1 mm の真鍮線にフッ素系撥水剤を塗布したものをを用い、全体の長さ $(\pi w + 2L)$ が 130 mm となるようにして、幅 w を変えたものを数種類製作した。撥水剤を含むワイヤの直径は 1.1 mm 、表面の接触角は 145° である。

製作した支持脚を、水面に対して 0.5 mm/s と 2.5 mm/s の速さで垂直に押し付けていったときの最大支持力の測定結果を図4に示す。 0.5 mm/s の結果は計算値とよく一致してお

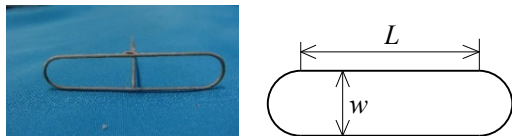


Fig. 3 Hydrophobic wire leg

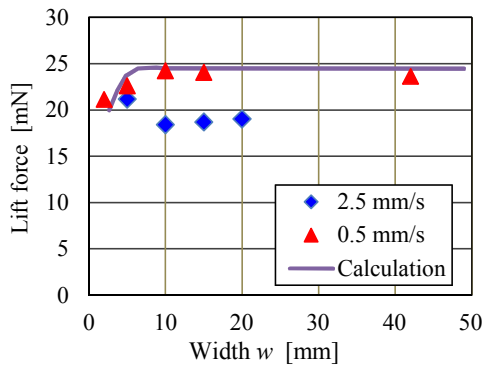


Fig. 4 Lift force of the wire leg

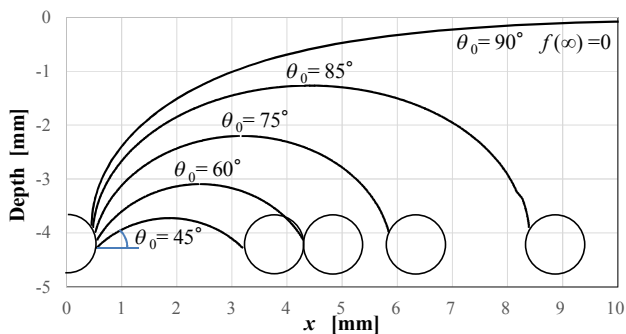


Fig. 5 Water surface profile (Calculation)

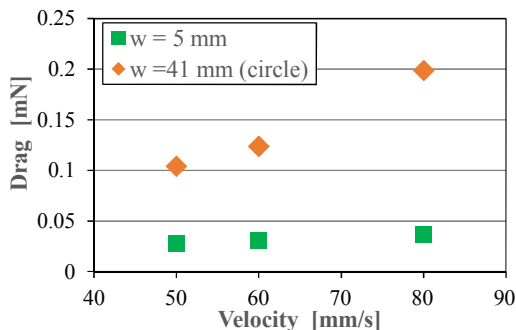


Fig. 6 Drag of the wire leg (Depth: 3mm)

り、準静的に押し付けているとみなすことができる。脚の幅が 10mm 以下になると支持力は低下した。これは楕円形の脚の内側の水面が図 5 のように下降し、水面の傾斜角 θ_0 が減少すること、および脚の曲線部の曲率が増加して沈みやすくなるが原因として考えられる。また、2.5 mm/s の速度で押し付けたときには、支持力が低下した。これは慣性力などによって水面の窪みが維持できず水没しやすくなるためと考えられる。脚の幅が 5 mm のときに支持力が増加しているのは、図 5 に示すように水面の下降した部分が広くなり、窪み形状を維持しやすくなったためと考えられる。

図 6 は支持脚を水面上で水平に動かしたときの抗力の測定結果である。 $w = 41$ mm の円形の脚では $w = 5$ mm の細長い脚に比べて抗力がかなり大きく、速度による増加も大きいことが確認された。

5. 水面移動ロボット

上記の解析結果をもとに、水面移動ロボットの設計、製作を行った。支持脚は、質量と抗力を小さくし、支持力を大

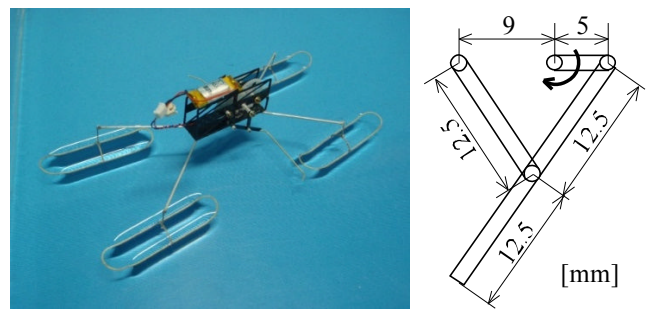


Fig. 7 Water strider robot and its driving mechanism

きくするため、直径 0.5mm、長さ 130mm の真鍮線を幅 10mm の楕円形に曲げたものを 4 脚用いた。4 脚による静的な支持力は 86.5 mN (8.8gf) であり、ロボットの重量 4.39 gf の 2 倍となっている。中脚には、図 7 に示すチェビシェフリンク機構を一部改良した機構を用いて駆動した。チェビシェフリンク機構は、リンクの先端が D 字形の軌道を描き、直線部が低速、曲線部が高速で動くという特徴を持つ。この性質を利用して、脚を水没させずに水深 3.5 mm の位置で高速で水をかき、水面より上を低側で戻すようにリンクの長さを調整した。ロボットは DC モーターとバッテリーを搭載し、自立移動が可能である。水面移動実験を行った結果、4 Hz で水面をかき、平均速度 60 mm/s で移動することが確認された。

6. 結言

アメンボを規範とした水面移動ロボットに関して、脚の支持力および流体抵抗の発生原理を理論と実験により解明し、それをもとに水面移動ロボットの設計、製作を行った。支持力は、脚を準静的に動かした場合には理論とよく一致するが、速度の増加によって支持力が減少することが確認された。また、流体抵抗は、圧力抵抗の式とよく一致し、投影面積により抵抗が大きく変化することが確認された。製作したロボットは速度 60mm/s で水面を自立的に移動した。今後は、飛翔ロボット、壁面付着ロボット等について、表面の微細構造と運動性能との関係を調べる予定である。

<参考文献>

- (1) Yun Seong Song and Metin Sitti, IEEE Transactions on Robotics, 23 (3), 2007, pp.578-589

学術雑誌 (解説)

- (1) 鈴木健司, アメンボ型水面移動ロボット, 日本ロボット学会誌, Vol.33, No.1, 2015, pp.25-29.

学会発表

- (1) Kenji Kobayashi, Kenji Suzuki, et al., Study on insect-inspired wall climbing robot: Adhesion using viscous liquid, Proceedings of the Sixth International Symposium on Aero Aqua Bio-mechanisms (ISABMEC 2014), 2014, pp.250-254.
- (2) Junichi Iwabe, Kenji Suzuki, et al., Biologically inspired water strider robot with microstructured hydrophobic legs, Proceedings of the Sixth International Symposium on Aero Aqua Bio-mechanisms (ISABMEC 2014) 2014, pp.246-249
- (3) 神保敬志, 鈴木健司, 高信英明, 三浦宏文, トンボを規範としたはばたき飛翔ロボットの研究 —翼形状が推進力に及ぼす影響—, 日本機械学会ロボティクス・メカトロニクス講演会, 2014, 3A1-X05.
- (4) 関口聡, 鈴木健司, 高信英明, 三浦宏文, チョウを規範としたはばたき飛翔ロボット —腹振り動作とリード・ラグ動作の評価—, 日本機械学会ロボティクス・メカトロニクス講演会, 2014, 3A1-X06.

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, Liquid bridge force and NASA-TLX

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、顕微作業システムにおける濡れ・付着機能とインターフェース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、マイクロマニピュレーションの基本特性の改良、マニピュレータの機能追加などの改善をおこない、微小部品の組み立て作業を効率的におこなう手法とその評価手法について検討する。

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、Fig.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。

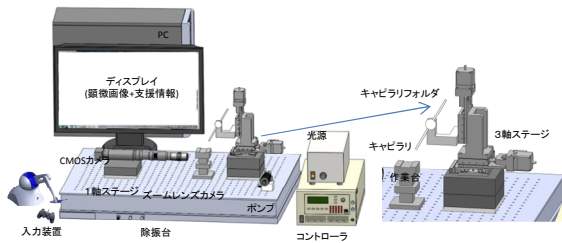


Fig.1 顕微作業システムの概要

3. マイクロマニピュレーションに関する基礎特性検証

本研究では、微小部品を把持する際、物体とキャピラリ間との液架橋力をもちいて微小物のマニピュレーションをおこなっている。この手法は、微小部品を把持する際には、比較的簡単に作業を実施することが可能であるが、部品をキャピラリから切り離作業が困難である。そこで、キャピラリ先

端形状、キャピラリの引き上げ速度による液架橋力の影響や、Fig.3, Fig4 に示すような、作業をおこなう床面の特性を変更することにより、物体の把持および切り離しに必要な力を制御することにより、効率的に微小部品のピック&プレースをおこなう手法について検討をおこなった。

実験によりキャピラリの最適な形状について調査した結果、最適なキャピラリ利用時の最大の液架橋力は約 6.0 μN 、最少の液架橋力は約 0.8 μN であった。また、物体を把持し持ち上げる時はゆっくりとしたスピード、対象物のプレース作業の際は、キャピラリの引き上げ速度を液架橋力が最も弱く発生する 24 $\mu\text{m}/\text{s}$ で引き上げることで作業の改善をおこなうことができる。

微小領域における作業において、床面間に発生する凝着力が作業に大きく影響するために、ピックアップやプレース作業において時間のロスや操作性の低下につながる。そのため、Fig.2 に示す撥水スプレーにより床面特性の影響および、Fig.3 に示す 3D プリンタをもちいた微細パターンによる床面の特性をもちいたマイクロマニピュレーションの有効性について検証をおこなった。

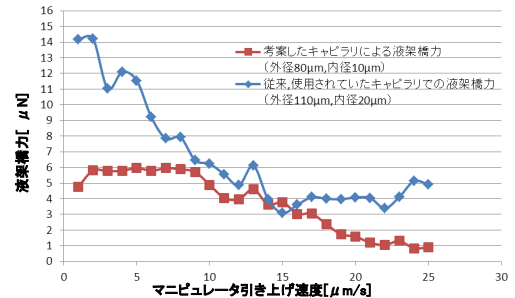


Fig.2 キャピラリの液架橋力

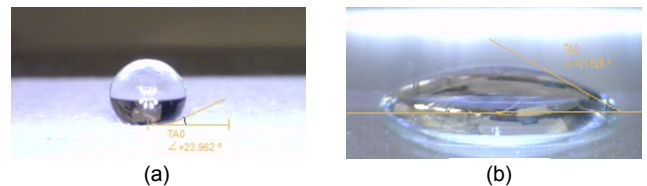


Fig.3 HIREC 450 による作業面の特性変化

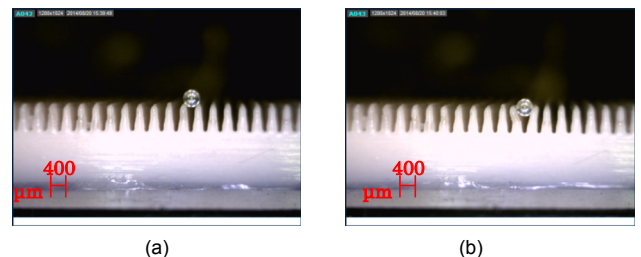


Fig.4 3D プリンタをもちいた床面造形

4. 双腕マニピュレータをもちいたマイクロマニピュレーションの検討

既存の顕微作業支援システムは、マニピュレータが1つのみであり、可能な作業が限られていた。新たに Fig.5 に示す3軸移動が可能なマニピュレータを追加し、既存のマニピュレータと協調的な双腕作業が可能なシステムを構築した。システムに追加するエンドエフェクタは顕微鏡移動用ステージとXY軸移動を共有し、顕微鏡先端上にZ軸移動ステージを配置することで合計3軸の移動を可能とする。また、Berekの式から本システムの焦点深度を計算し、顕微鏡視野範囲内にエンドエフェクタを配置した。動作実験では、顕微鏡視野内で2つのマニピュレータで協調的な作業が実施可能となった。また、各マニピュレータの特性や機能を変化させることで、より効果的なマニピュレーションが実施できる。

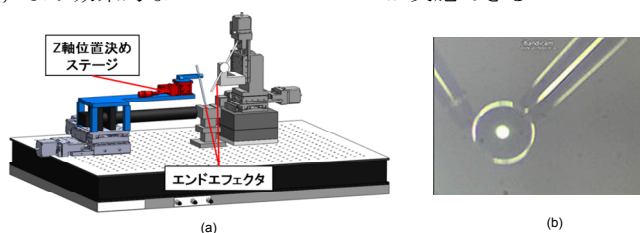


Fig.5 双腕マニピュレータシステム

5. 検証結果の顕微作業支援システムへの導入及び評価

システムの評価として、これまで目標とする作業に要する総時間について評価をおこなってきたが、本年度は、これまでの評価指標に加えて、どの程度作業への負担や作業の効率が向上について、NASA-TLX⁽²⁾を用いて作業における感性的な部分についても評価をおこなった。NASA-TLXは、Fig.6に示す評価項目をもちいて、精神的要求(MD)、身体的要求(PD)、時間的圧迫感(TD)、作業達成度(OP)、努力(EF)、不満(FR)の6つの尺度から総合的な作業負荷平均値(WWL: weighted workload)を算出する手法である。5人の被験者に対して、Fig.7に示す顕微作業を10分間で実施する評価実験をおこなった。この作業では、被験者は、顕微作業システムをもちいて、チップコンデンサを90°回転させ、その上に200[μm]のガラスビーズを配置する作業をおこなう。

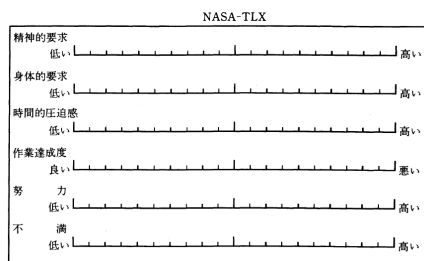


Fig.6 NASA-TLXにおける評価項目

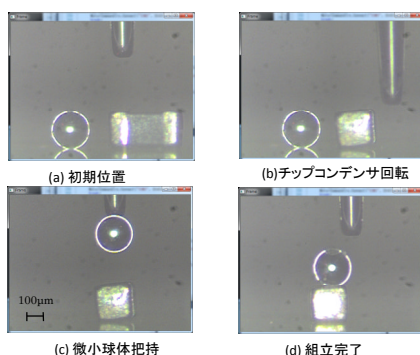


Fig.7 マイクロパーツの組み立て実験

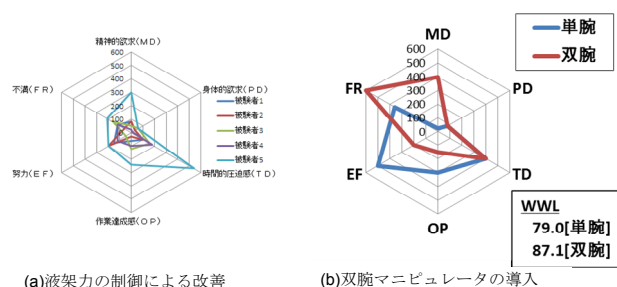


Fig.8 メンタルワークロードの評価

マイクロパーツの組み立て実験の結果、本年度提案した、液架橋力の制御では作業時間の改善がみられ双腕では同じもしくはやや時間が多く必要となった。一方、Fig.8に示すメンタルワークロードの評価については、液架橋力の制御による改善では、メンタルロードが低めの評価が得られたが、双腕にマニピュレータに拡張することで多くの被験者のWWL値が増加した。さらに、評価の各要素を見ると、双腕マニピュレータのMD(精神的要求)を高め設定する被験者が多く見られた。双腕マニピュレータを拡張したことで操作が複雑化し、操作方法を覚えることが難しくなったがためにメンタルワークロードが増加したと考えられる。

6. 結言

本年度は、顕微作業システムの効率の改善として、液架橋力の制御とマニピュレータの改良をおこなった。また、本報では述べていないが、6軸マニピュレータの位置決め精度や作業システムの測定関係の改良をおこなった。また、システムの評価として、感性的な評価指標を導入し、より複雑な作業を実施しよりユーザが使いやすいシステムの提案にはどのような改良が必要であるのか検討することができた。

濡れ・付着機能がマイクロマニピュレータの改善に有効である点を確認できたために、今後は、より効果的な手法で、機能を生成できる手法について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) 芳賀繁, 水上直樹, 日本語版NASA-TLXによるメンタルワークロード測定: 各種室内実験作業の難易度に対するワークロード指標の感度, 人間工学, 32(2), pp.71-79, 1996.

<学会発表>

- (1) Tasuku Akiyama, Masatomo Suzuki, Yuki Ikeya, Koki Miyahara and Daigo Misaki, Study of a dual end effector micromanipulation system, Proc. of the 6th International Conference on Positioning Technology (ICPT2014), P1-41-SY, 2014.
- (2) Yuki Ikeya, Masatomo Suzuki, Tasuku Akiyama, Daigo Misaki, and Shigeomi Koshimizu, Tip-positioning of a 6-DOF rotational micromanipulator using SMA, Proc. of the 9th International Workshop on Microfactories (IWMF2014), Session 4B, 2014.
- (3) D.MISAKI, S.YOSHIDA, T.AKIYAMA, M.SUZUKI, S.NOMURA, Y.IKEYA, Developing of a 6-DOF Rotational Micromanipulator Using SMA, Proc. of the 14th International Conference on New Actuators and Drive Systems (ACTUATOR 2014), pp.580-583, 2014.