

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(次年度に報告)

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、ヤモリの接着メカニズムを模した「ヤモリテープ」や、光の反射を防止する「モスアイフィルム」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。

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」

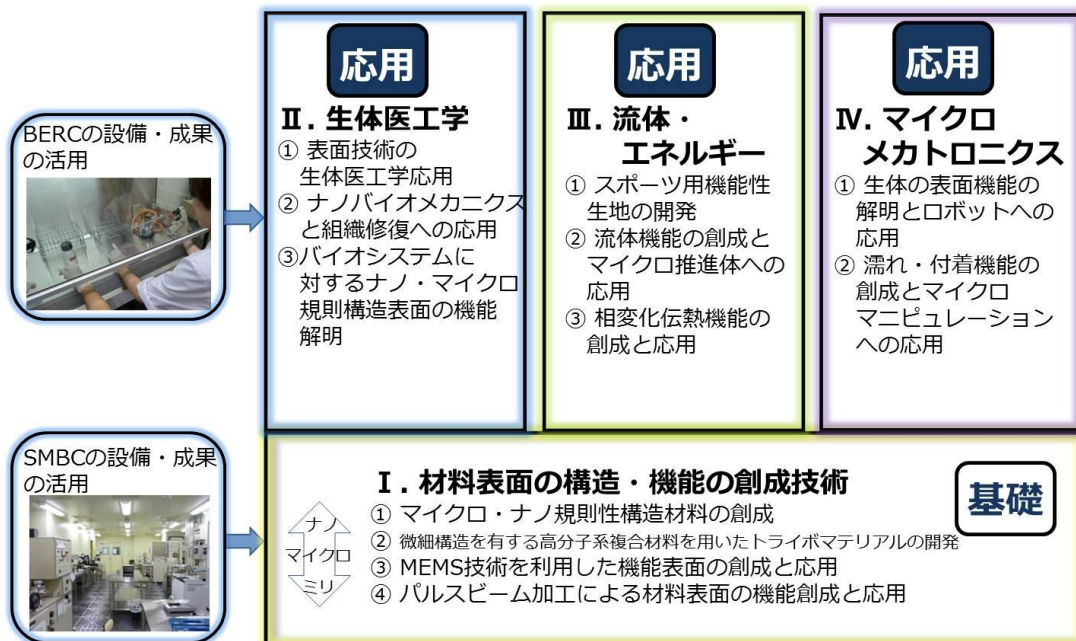


図1 FMSのテーマ構成

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おり、2015年度は、学内研究者11名、学外研究者3名の体制で各テーマの研究を推進した。活動場所は、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である。先行プロジェクトから拡充されてきた装置群を最大限活用できるよう、研究支援者3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、ホームページを利用して、利用者への各種連絡、マニュアルや資料のダウンロード、装置予約などのサービスを提供している。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、多数の研究室の卒論、修論の研究に幅広く活用されている。また、今年度はPD1名、RA2名を採用し、若手研究者の育成を行った。表1～表3にFMSの研究施設の利用者数、安全講習受講者数、主要装置の使用時間のデータを示す。

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3年間の進捗状況報告書を作成し、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、教科書の執筆などの形で広く学外に発信する予定である。29年度には最終報告書をまとめ、最終評価を受ける。

5. 2015年度（3年目）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、成果報告会

学内の研究者、学生が参加するFMS研究会を4回開催し、PD、RA、学外の研究者等による研究発表を行い、活発な討論を行った。また、3月には3年目の成果報告会を開催した。2016年5月には、3年間の進捗状況報告書を文部科学省に提出し、中間評価を受ける予定である。

・安全講習会

FMSの設備を使用する学生全員に対し、安全講習会を4月14日、15日、24日の3回実施し、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20の研究室から合計223名の参加があった。

・研究設備の導入

研究設備として、インキュベータ蛍光顕微鏡（16-324細胞培養室）、超高速度型赤外線放射温度計（16-124室）、X線回折装置（16-220室）を導入し、それぞれ使用講習会を実施した。これを以てFMSの研究設備の導

入はすべて完了した。また、備品として1階クリーンルームに触針式段差計を導入した。

・nano tech 2016 への出展

2016年1月27日～29日、東京ビッグサイトにて開催されたnano tech 2016 第15回 国際ナノテクノロジー総合展・技術会議に、「工学院大学 機能表面研究センター」としてFMSの活動内容を出展した。初めての出展であったにもかかわらず多数の来場者があり、企業等の方々と活発な意見交換を行った。共同研究の可能性についてもいくつか問い合わせがあり、今後の発展が期待される。図2に出展の様子を示す。

・FMS共催、協賛の講演会

海外から著名な研究者をお迎えし、講演会を開催した。

① 北航・工学院大フォーラム「ロボット機構のイノベーション・柔軟ロボットの研究発展」

日時：2015年9月26日（土）14:30～16:20

講師：于 靖军（北京航空航天大学機械工程教授）

主催：工学院大学・工学院大学孔子学院

共催：工学院大学機能表面研究センター（FMS）ほか

② 先進工学部公開講座 陽極酸化に関する講演会

日時：2016年2月26日（金）15:00～17:00

講師：Prof. Patrik Schmuki（エアランゲン大学）

小野幸子（工学院大名誉教授）

主催：工学院大学先進工学部

共催：工学院大学先進工学部応用化学科

協賛：工学院大学機能表面研究センター（FMS）ほか

表1 FMS研究施設 利用者数

	H27年度	H26年度	H25年度
1階クリーンルーム	2247	2334	1615
3階クリーンルーム	279	103	217
細胞培養室(16-325)	1826	1287	
共通実験室(16-326)	381	327	

表2 安全講習会受講者数

	H27年度	H26年度	H25年度
受講者数	223	227	189
研究室数(学内外数)	20(3)	21(5)	19(5)

表3 主要装置のH27年度の使用時間

装置名	整備年度	使用時間
EDX WET SEM	H15	2285 h
RIE	H15	265 h
スパッタ装置(3元)	H15	949 h
ダイシングマシン	H15	208 h
フェムト秒レーザー	H22	2199 h
レーザー顕微鏡	H25 (FMS)	854 h
電子ビーム蒸着装置	H26 (FMS)	582 h
粘弾性測定装置	H26 (FMS)	380 h

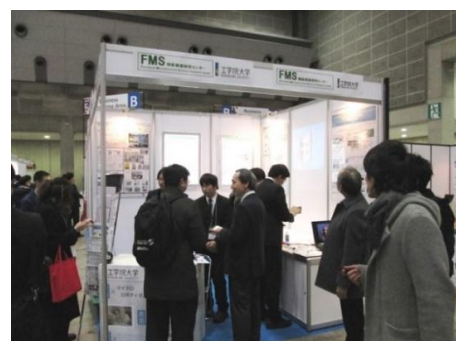


図2 nano tech 2016 出展の様子

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

小野 幸子, 阿相 英孝, 相川 慎也
Sachiko ONO, Hidetaka ASOH, and Shinya AIKAWA

Keywords : Micro- and nano-structures, Anodizing, Porous alumina membrane, 1D and 2D materials, GaAs, Electronic devices, Surface states

1. 諸言

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。2015 年度は、III-V 族化合物半導体である GaAs の微細加工に注目した。GaAs は単元素半導体である Si に比べ約 5 倍の電子移動度を持ち、直接遷移型の半導体であるため、次世代の光・電子デバイスの材料として注目されており、低電圧駆動が可能なトランジスタや、光電面等への応用が検討されている。我々はこれまでに n 型の GaAs(111)B に対し、アノード酸化と化学エッチングを組み合わせることで高アスペクト比を持つ GaAs ポアアレイやピラーアレイを作製してきた^{1, 2)}。本研究では、p 型の GaAs(111)B に対し周期的な開口部を持つマスクを介して種々のエッチャントを用いて化学エッチングを行い、エッチング形態に及ぼすエッチャント組成およびエッチング時間の影響を明らかにすることを目的とした。

2. GaAs の化学エッチングに対するエッチャント組成の影響

2.1 GaAs 基板の化学エッチングプロセス

図 1 に GaAs の化学エッチングのプロセスを示す。p 型 GaAs(111)B 基板(Zn-doped, NA=0.94–1.02×10¹⁹ cm⁻³)上にポジ型フォトレジストをスピコートし、試料基板上に作製した SiO₂ 微粒子から成る二次元コロイド結晶を介して g 線 (436 nm) 露光を行った。現像後 SiO₂ 微粒子を除去し密着性の高いレジスト製ハニカムマスクを GaAs 基板上に作製した。

2.2 結晶異方性エッチングとエッチャント組成の関係

周期 3 μm で円形の開口部(φ 1 μm)を持つフォトレジスト製マスクを介して、p 型 GaAs(111)B を種々のエッチャントでエッチングした試料の表面 SEM 像を図 2 に示す。2 mol dm⁻³ H₂SO₄ - 0.05 mol dm⁻³ H₂O₂ を用いた場合、エッチング時間 30 秒で六角形の浅いエッチピットが形成された(図 2 a)。エッチング時間を 20 分まで延長するとサイドエッチングが進行しピット径が 2.7 μm へ増大した(図 2 b)。一方で、酸化剤濃度を 1.2 mol dm⁻³ へ増加させ 30 秒エッチングを行うと結晶異方性エッチングが進行し、ピットの側面に{100}面が現れるとともにピット形状が三角形へ変化した(図 2 c)。

化学エッチングは、酸化剤により基板を酸化し、生成した

酸化物を酸または塩基によって除去することで進行する。酸化物の除去に NH₄OH を用いた場合、2 mol dm⁻³ NH₄OH - 0.05 mol dm⁻³ H₂O₂ を用いた 30 秒のエッチングでは浅い円形のエッチピットが形成されたが(図 2 d)、20 分のエッチングでは図 2 b の H₂SO₄ - H₂O₂ の系と同濃度の液組成であるにもかかわらず結晶異方性エッチングが進行した(図 2 e)。さらに酸化剤濃度を 1.2 mol dm⁻³ へ増加させ 30 秒エッチングを行った場合、(111)面が現れず、ピット形状が逆三角錐型へ変化した(図 2 f)。同濃度の酸化剤と比較した場合、酸化物の除去に NH₄OH を用いた方が、エッチング速度が増加することが分かった。

酸化剤に KMnO₄ を用いた場合、低濃度では側面に{110}面が現れ底部は湾曲した六角形のエッチピットが形成された(図 2 g)、エッチング時間を 30 秒から 150 秒へ延長するとピットの形状を維持したままピット径が直径約 2 μm から 3 μm へ拡大した(図 2 h)。さらに 0.4 mol dm⁻³ KMnO₄ で短時間(30 秒)エッチングを行った場合、結晶異方性エッチングが進行しピットの側面に{100}面が現れ、ピット形状が三角形へと変化した(図 2 i)。以上の結果から、0.01 mol dm⁻³ 程度の低濃度の酸化剤を用いたエッチングでは、(111)面に対するエッチング速度が低く、{100}面へのエッチングもしくは結晶面によらない等方性エッチングが進行しピット径が拡大するが、高濃度の酸化剤を用いたエッチングでは(111)面に対するエッチング速度が増加し結晶異方性エッチングが進行することで、{100}面から成る三角形のエッチピットが形成されることが明らかになった。

2.3 エッチング深さに対する酸化剤濃度の影響

次に、種々の条件で化学エッチングを行った際のエッチング深さに対する酸化剤濃度の影響を検討した(図 3)。いずれのエッチャント組成でも酸化剤の濃度に比例してエッチング深さが増加した。酸化剤に 1.2 mol dm⁻³ H₂O₂ を用いた場合、酸化物の除去に H₂SO₄ を用いるとエッチング深さは 0.5 μm であったが、同濃度の NH₄OH を用いることでエッチング深さが 1.6 μm に増加した。酸化剤に 0.4 mol dm⁻³ KMnO₄ を用いた場合、エッチング深さは 0.9 μm であり、同濃度の H₂O₂ を酸化剤に用い硫酸でエッチングした場合と比較してエッチングが約 8 倍促進された。しかし、KMnO₄ と NH₄OH の組み合わせでは、KMnO₄ に塩基性溶液を加えた際に MnO₂ が生成し酸化力が大幅に低下しエッチングは進行しなかった。



図 1 GaAs の化学エッチングのプロセス (a) GaAs 基板上へのフォトレジストの塗布, (b) フォトレジスト上に展開した SiO₂ 微粒子を介しての露光, (c) 現像処理によるフォトレジスト製マスクの作製, (d) 化学エッチングによるピットアレイの作製

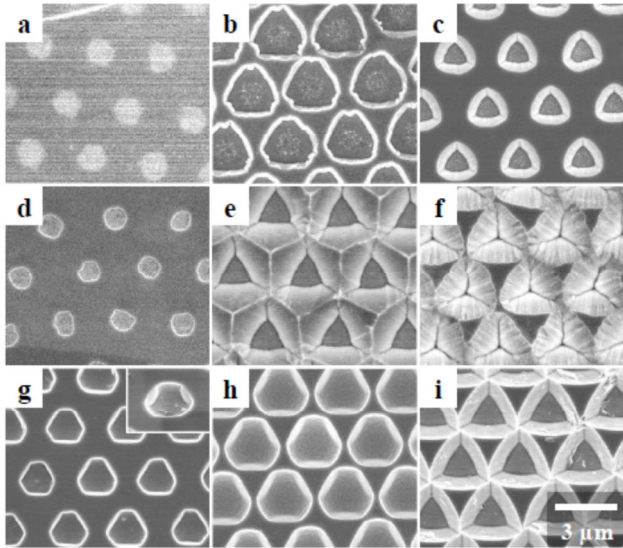


図 2 ハニカムマスクを介して種々のエッチャントで化学エッチングした GaAs(111)B の表面 SEM 像 (a, b, c) $\text{H}_2\text{SO}_4 - \text{H}_2\text{O}_2$, (d, e, f) $\text{NH}_4\text{OH} - \text{H}_2\text{O}_2$, (g, h, i) $\text{H}_2\text{SO}_4 - \text{KMnO}_4$, 酸化剤濃度およびエッチング時間, (a, d, g) 0.05 mol dm^{-3} , 30 秒 (b, e, f) 0.05 mol dm^{-3} , 20 分 (h) 0.05 mol dm^{-3} , 150 秒 (c, f) 1.2 mol dm^{-3} , 30 秒 (i) 0.4 mol dm^{-3} , 30 秒

2.4 多段階の化学エッチングによるピット形状の変化

エッチャント組成およびエッチング時間によってピット形状の制御が可能であるため、種々のエッチャントを組み合わせた多段階エッチングで、ドライプロセスでは作製困難な深さ方向に複数の結晶面を持つエッチピットの作製を試みた。図 4 に各エッチング段階で得られた試料の表面および 30° 傾斜 SEM 像 (挿入図) を示す。着色して示した面は、各段階で新たに現れた結晶面を示している。まずピット底部に等方性のエッチングが進行する条件である $2 \text{ mol dm}^{-3} \text{H}_2\text{SO}_4 - 0.05 \text{ mol dm}^{-3} \text{KMnO}_4$ 混合溶液中で一段階目のエッチングを行い、図 2 g と同様のエッチピットを作製した。次に異方性エッチングが進行する $2 \text{ mol dm}^{-3} \text{H}_2\text{SO}_4 - 1.2 \text{ mol dm}^{-3} \text{H}_2\text{O}_2$ 混合溶液中で二段階目のエッチングを行ったところ、ピット底部に $\{111\}$ 面が、ピット上部に $\{100\}$ 面がそれぞれ現れ、 $\{111\}$, $\{100\}$, $\{110\}$ の三種類の結晶面を持つエッチピットを作製できた (図 4 a)。次に一段階目と同様の $2 \text{ mol dm}^{-3} \text{H}_2\text{SO}_4 - 0.05 \text{ mol dm}^{-3} \text{KMnO}_4$ 混合溶液中で三段目のエッチングを行うことで、ピット底部が等方性エッチングによりわずかに湾曲し、ピット上部に $\{110\}$ 面が現れた (図 4 b)。最後に異方性エッチングが進行する条件 ($2 \text{ mol dm}^{-3} \text{NH}_4\text{OH} - 1.2 \text{ mol dm}^{-3} \text{H}_2\text{O}_2$ 混合溶液) で四段階目のエッチングを行うと、 $\{111\}$ 面のエッチング速度が増加し、ピット上部が $\{110\}$ 面、ピット下部が $\{100\}$ 面から成る逆三角錐型エッチピットが形成された (図 4 c)。異なるエッチャントを用いて多段階のエッチングを施すことで、基本周期を維持したまま深さ方向に複数の結晶面を持つエッチピットを作製することに成功した。

2.5 まとめ

GaAs 基板に対し、レジスト製ハニカムマスクを介して化学エッチングを行う場合に、酸化剤濃度を増加させることで結晶異方性エッチングが優先的に進行することが明らかとなり、ピット形状をエッチャントの組成およびエッチング時間によって制御することができた。異なるエッチャントを用いて多段階のエッチングを施すことで、深さ方向に複数の結晶面を持つエッチピットを作製することができた。

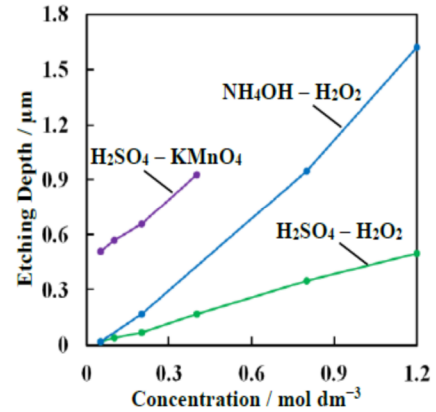


図 3 GaAs(111)B に対し $2 \text{ mol dm}^{-3} \text{H}_2\text{SO}_4$ または NH_4OH と種々の酸化剤の混合溶液を用いて 30 秒化学エッチングした際の酸化剤濃度ごとのエッチング深さ

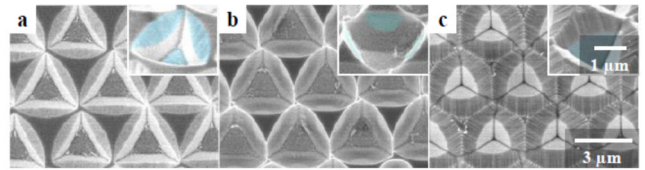


図 4 ハニカムマスクを介して種々のエッチャントで 30 秒多段階の化学エッチングを行った GaAs(111)B の表面 SEM 像 (a) 2 段階目: $2 \text{ mol dm}^{-3} \text{H}_2\text{SO}_4 - 1.2 \text{ mol dm}^{-3} \text{H}_2\text{O}_2$, (b) 3 段階目: $2 \text{ mol dm}^{-3} \text{H}_2\text{SO}_4 - 0.05 \text{ mol dm}^{-3} \text{KMnO}_4$, (c) 4 段階目: $2 \text{ mol dm}^{-3} \text{NH}_4\text{OH} - 1.2 \text{ mol dm}^{-3} \text{H}_2\text{O}_2$

3. アノードエッチングで形成した GaAs ナノワイヤの基礎物性評価と薄膜デバイス応用

3.1 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および環境調和の観点から、室温形成可能な溶液プロセスによる半導体デバイス開発が希求されている。溶液プロセスは、従来法に比べて作製温度の大幅な低下が可能のため、環境負荷が小さい利点を持つ。したがって、膨大なエネルギーを要する熱処理工程の簡略化が実現できるとともに、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しい次世代半導体デバイスの実現が期待できる³⁾。

溶液プロセスによるデバイス作製は、一般に各種の分散溶液の塗布 (スピンコート、スプレーコートなど) 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課題である。代表的なペントセンなどの有機半導体材料は、分散溶液の調整が容易であるため塗布作製プロセスに有意性がある。その一方で、室温プロセスでは結晶構造の乱れが大きくなるため、パイ電子軌道の重なりが不十分となり伝導が制限される。このため、室温の溶液プロセスでも高い素子性能を維持できる高特性の低次元半導体材料を用いたデバイス開発が不可欠である。

3.2 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 1 次元ナノ構造半導体材料を用いて、低環境負荷の溶液プロセスベースで高性能な機能電子デバイスを開発する。作製するデバイスを高度化し、センサーアプリケーションとして他のテーマとの有機的な連携を進める。また、デバイス開発の過程で得られるプロセス技術や評価方法を他のテーマと共有し、表面機能における基礎学術および加工技術の体系化に寄与する。すでに、テーマ 1.3 (MEMS 技術を利用した機能表面の

創成と応用)とは、絶縁膜の電気特性評価で連携しており、微小液滴輸送デバイスの性能向上に向けた誘電体薄膜の物性評価として取り組みをスタートさせている。

他テーマとの連携に向けて、具体的には、1次元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活用するセンサーデバイスの小型ロボットへの搭載や、バイオセンサーとしての応用を検討する。また、これらのデバイスを作製する過程で不可欠な親水・疎水パターンニング技術をマイクロ流路の作製等に活用する。MEMS 加工と化学修飾を組み合わせたデバイスプロセスを確立し、Si ナノワイヤやカーボンナノチューブ等の無機・有機を含む1次元材料のデバイス作製技術としての一般化を目指す。

3.3 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、デバイス特性評価装置の立ち上げを行った。2年目は、初年度の問題をクリアにするため、アノードエッチングによる GaAs ナノワイヤの作製条件の検討とともに、詳細な物性評価を実施した。3年目は、さらなるトランジスタ特性の向上とともに、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、プラスチック基板上で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。作製するデバイスを用いて、4年目には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ンニング手法などでも積極的に行い、本テーマにフィードバックする。

3.4 本年度の実施状況

平成 27 年度は、前年度の結果に基づいて、GaAs ナノワイヤ表面の絶縁性酸化物の除去と電気特性評価を実施した。前年度の表面構造評価の結果から、GaAs ナノワイヤの所望トランジスタ特性が得られていない原因として、ナノワイヤ表面に自己形成されるアモルファス Ga_2O_3 層が電氣的なバリアとして働いている可能性について言及した。しかしながら、酸処理でアモルファス Ga_2O_3 を除去しても、結果は絶縁的挙動のままであった。このような状況の中、学外の研究者とのディスカッションにより、ナノワイヤの絶縁性は、表面酸化物よりも、表面酸化物と GaAs コアの界面での結晶乱れに起因する表面準位が原因である手がかりを得た。調べてみると、この準位が GaAs のバンドギャップ内に非常に高密度の電子トラップを形成するために、絶縁体として振る舞うことが報告されている⁴⁾。また、イオン銃を用いた水素イオン暴露による表面準位低減の論文⁵⁾をヒントに、逆電解による湿式水素イオン暴露法を考案した。電解液が水素を含むため、GaAs ナノワイヤ作製直後に逆バイアスを印加することでナノワイヤが水素イオンに曝される。結果として、逆電解による水素イオン暴露前後の GaAs ナノワイヤを Raman 分光分析により評価したところ、トラップ準位の低減に起因してキャリア密度に違いが見られた。また、水素イオン暴露工程を含む GaAs ナノワイヤとそうでないものとでトランジスタ特性を比較すると、水素イオン暴露されたナノワイヤでは明らかにトランジスタ特性が向上した。逆電解が表面準位の低減に有効であることが確かめられた。

n 型 GaAs(111)B 基板に対し、既報⁶⁾に基づき 1.7 mol dm^{-3} リン酸と 0.17 mol dm^{-3} 塩酸の混合液中でアノードエッチングを行い GaAs ナノワイヤを作製した。Fig. 5 に Raman 分光により簡易的に GaAs ナノワイヤのキャリア濃度を評価した結果を示す。一般に、LO フォノン強度はキャリア密度に依存し、キャリア密度の増加とともに高波数側にシフトしながらブロードになる。TO フォノンはプラズモンとの相関がないためピークシフトしないことが知られている。ナノワイヤ作製直後の試料に対する Raman スペクトルでは、TO フォノンに対する LO フォノン強度の割合が高いことから、キャリ

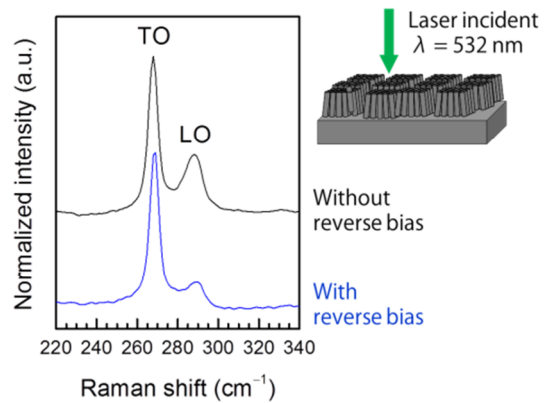


Fig. 5 Normalized Raman spectra of GaAs nanowires from top surface of the vertically-aligned nanowires corresponding to (111) plane.

ア密度が低いと考えられる⁷⁾。これはアノードエッチングの過程でナノワイヤ内のキャリア密度が低下したことを意味する。アノードエッチング後の試料に対し、同電解液中で 10 秒間逆電解を行った場合、TO フォノンに対する LO フォノン強度が著しく減少した。逆電解によりナノワイヤ表面で水素が発生し、表面準位の起源である余剰 As と反応することで、トラップされていたキャリアが回復したと考えられる。Fig. 6 に逆電解を施した GaAs ナノワイヤをチャンネルとして用いたトランジスタの特性を示す。水素イオンに暴露した GaAs ナノワイヤでは、ドレイン電流のゲート電圧依存性が見られており、トランジスタ動作が確認できる。一方で、水素イオン暴露工程を経ない GaAs ナノワイヤは絶縁的挙動を示した。この結果は、Raman 分光で評価したキャリア密度の違いとコンシステントであり、湿式での水素イオン暴露が GaAs ナノワイヤの電気特性の改善に効果的であることがわかった。

3.5 まとめ

アノードエッチングで形成された GaAs ナノワイヤの特徴を活かしたデバイス開発にあたり、表面準位低減のための湿式水素イオン暴露法を考案した。本手法により逆電解を施した GaAs ナノワイヤは、Raman 分光分析からキャリア密度が増加することがわかった。また、トランジスタ特性評価の結果、ゲート電界変調が見られ、半導体的な動作が確認できた。

本研究に関する成果は、査読付き論文および国際学会(査読あり)として発表した。また、関連技術の特許申請も行っているところである。

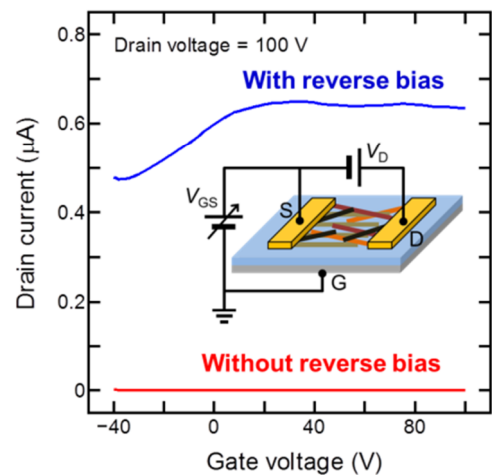


Fig. 6 Drain current-gate voltage characteristics of the fabricated TFT. The red line is the as-prepared GaAs nanowire channel, while the blue line is the GaAs nanowire channel with the reverse bias after the nanowire formation.

今後の計画として、溶液プロセスによるデバイス作製の一般化に向けて、Si ナノワイヤ等の他の 1 次元半導体材料を用いたデバイス試作に取り組みとともに、室温プロセスである特長を活かしてプラスチック基板上へのデバイス作製を実施する。また、国際学会での発表や国際学術ジャーナル誌への論文投稿を積極的に行い、成果の発信に努めていく。

4. 2 次元機能薄膜のデバイス応用

近年、2 次元的な広がりを有する機能薄膜材料が世界的に注目されている。構造の特異性に基ついた物性や機能表面を持つためである。特に、極薄アモルファス酸化膜、遷移金属カルコゲナイドやグラフェンなどの原子膜は、学術領域の新規開拓や産業応用が期待されている。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できる。

ここでは、アモルファスインジウム系酸化物の電界効果移動度を向上させながら、薄膜トランジスタの動作安定性に優れた二層チャネル構造について報告する。マグネトロンスパッタにより、熱酸化膜付 Si 基板上に SiO₂ 添加量 3 wt% の a-InSiO (ISO3) を成膜後、連続的に SiO₂ 添加量 20 wt% の a-InSiO (ISO20) を成膜し二層膜 ISO3/20 を形成した。比較の為、ISO3 を成膜した単層チャネルも作製した。EB 蒸着により Ti 電極を形成し Bottom-gate, Top-contact 構造の TFT を作製した。大気中にて 250°C でアニール後、TFT 特性及びゲートバイアスストレス安定性を測定した。熱アニール直後の単層膜 ISO3 と二層膜 ISO3/20 の伝達特性を測定したところ、単層膜の ISO3 では閾値電圧が大きく負になり金属的な膜になるのに対し、二層膜の ISO3/20 では閾値電圧がゼロ近傍でノーマリーオフ動作することがわかった。この ISO3/20 に対して負ゲートバイアス (-20 V) を 5000 秒間印可したところ、閾値電圧シフトが ~0.2 V と良好なバイアスストレス耐性を得ることができた。これは、ドーパント濃度の低い InSiO 膜の信頼性向上に、酸素結合力の強い InSiO 膜との二層構造が有効なことを示唆する⁸⁾。

<参考文献>

- 1) H. Asoh, S. Kotaka and S. Ono, *Electrochem. Commun.*, **13**, 458 (2011).
- 2) S. Ono, S. Kotaka and H. Asoh, *Electrochim. Acta.*, **110**, 393 (2013).
- 3) S. Aikawa, E. Einarsson, T. Thurakitseree, S. Chiashi, E. Nishikawa, S. Maruyama, *Appl. Phys. Lett.* **100**, 063502 (2012).
- 4) W. E. Spicer, I. Lindau, P. Skeath, and C. Y. Su, *J. Vac. Sci. Technol.* **17**, 1019 (1980).
- 5) E. M. Omeljanovsky, A. V. Pakhomov, and A. Y. Polyakov, *J. Electron. Mater.* **18**, 659 (1989).
- 6) H. Asoh, S. Kotaka, S. Ono, *Mater. Res. Express* **1**, 045002 (2014).
- 7) Mooradian, and G. B. Wright, *Phys. Rev. Lett.* **16**, 999 (1966).
- 8) T. Kizu, S. Aikawa, *et al.* Submitted.

平成 27 年度業績リスト

査読付き論文

- 1) S. Aikawa, K. Yamada, H. Asoh, S. Ono, Gate modulation of anodically etched gallium arsenide nanowire random network, *Jpn. J. Appl. Phys.* in press.
- 2) H. Asoh and S. Ono, Ordered nanoporous alumina membrane with high chemical resistance prepared by

anodizing and heat treatment, *Proc. 24th Int. Sym. Process. Fab. of Adv. Mat.*, (PFAM24), 780 (2015).

- (3) H. Asoh, Y. Suzuki and S. Ono, Metal-Assisted Chemical Etching of GaAs Using Au Catalyst Deposited on the Backside of a Substrate, *Electrochim. Acta*, **183**, 8 (2015).
- (4) H. Asoh, T. Masuda and S. Ono, Nanoporous α -Alumina Membranes with Pore Diameters Tunable over Wide Range of 30-350 nm, *ECS Trans.*, **69**, 225 (2015).
- (5) 世利修美, 小野幸子, 春名匠, 阿相英孝, 西本明生, 先端アルミニウム材料創製のための電気化学からのアプローチ, *軽金属*, **65**, 416 (2015).
- (6) Anawati, H. Asoh and S. Ono, Enhanced Uniformity of Apatite Coating on a PEO Film Formed on AZ31 Mg Alloy by an Alkali Pretreatment, *Surf. Coat. Tech.*, **272**, 182 (2015).
- (7) S. Aikawa, K. Yamada, H. Asoh, H. Hashimoto, Y.-I. Kim, E. Nishikawa, S. Ono, Electrical and Structural Characterization of Anodically Etched GaAs Nanowires Towards Functional Electronic Devices, *2015 International Microprocesses and Nanotechnology Conference Digest Papers*, 12P-7-122L (2015).
- (8) K. Kurishima, T. Nabatame, M. Shimizu, N. Mitoma, T. Kizu, S. Aikawa, K. Tsukagoshi, A. Ohi, T. Chikyow, A. Ogura, Influence of Al₂O₃ layer insertion on the electrical properties of Ga-In-Zn-O thin-film transistors, *J. Vac. Sci. Technol.*, **A 33**, 061506 (2015).
- (9) S. Aikawa, N. Mitoma, T. Kizu, T. Nabatame, K. Tsukagoshi, Suppression of excess oxygen for environmentally stable amorphous In-Si-O thin-film transistors, *Appl. Phys. Lett.* **106**, 192103 (2015).
- (10) S. Kim, P. Zhao, S. Aikawa, E. Einarsson, S. Chiashi, S. Maruyama, Highly Stable and Tunable n-Type Graphene Field-Effect Transistors with Polyvinyl Alcohol Films, *ACS Appl. Mater. Interfaces* **7**, 9702-9708 (2015).
- (11) 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 WSe₂, *Nano Lett.* **15**, 2067-2073 (2015).

解説論文

- (1) 小野幸子, 阿相英孝, 自己組織化構造を用いたシリコンのナノ・マイクロファブリケーション(II) —金属触媒エッチングによるシリコンのパターニング—, *金属*, **85**, 824 (2015).
- (2) 小野幸子, 阿相英孝, 自己組織化構造を用いたシリコンのナノ・マイクロファブリケーション(I) —アノード酸化皮膜およびコロイド結晶を利用したシリコンの微細加工—, *金属*, **85**, 722 (2015).
- (3) 小野幸子, アルマイトの歩み (22) アルマイト微細構造研究の歩み (2), *表面技術*, **66**, 364 (2015)
- (4) 小野幸子, アルマイトの歩み (21) 微細構造研究の歩み (1), *表面技術*, **66**, 313 (2015)
- (5) 小野幸子, 阿相英孝, 自己組織化構造を用いた化合物半導体のナノ・マイクロファブリケーション(II) —結晶異方性を利用した湿式エッチングによる GaAs の微細加工—, *金属*, **85**, 461 (2015).
- (6) 小野幸子, 阿相英孝, 自己組織化構造を用いた化合物半導体のナノ・マイクロファブリケーション(I) —自己組織化構造のナノテクノロジーへの応用と InP の微細加工—, *金属*, **85**, 369 (2015).

学会発表

国際会議講演 16 件 (内招待講演 3 件)
国内会議講演 46 件 (内招待講演 13 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

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ついて、以下の2つのテーマを中心に検討している。第一のテーマとしては、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。一方、第二のテーマとしては、親油性高分子をブラシ状にグラフトした薄膜を金属表面に合成し、溶媒条件下における低摩擦性を示す表面の設計を試みる。このような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、3年目の今年度も引き続き2つのテーマを並行して検討した結果を以下に報告する。

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、これ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) ブレンドである多成分系複合材料 (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、さらにはトライボロジー的性質の改質メカニズムなどを明らかにしてきた。今年度は、同多成分系複合材料 (PA6/PP/ CaCO_3 複合材料) の更なる高性能化を目指して、充填する CaCO_3 の粒径の違いがトライボロジー的性質をはじめとした各種物性に及ぼす影響を中心に検討した結果を報告する。用いたフィラーとしては、平均粒径が 40nm (40FA), 80nm (80FA) および 150nm (150nm, 従来品) の粒径が異なる3種類の沈降性 CaCO_3 である (Fig.1)。ただし、3種類の CaCO_3 とも脂肪酸処理 (FA) により表面処理を施してある。Fig.2に PA6/PP/ CaCO_3 複合材料の摩擦係数 (左縦軸) と比摩耗率 (右縦軸) に及ぼす CaCO_3 の粒径依存性を示す。基本的には、摩擦係数および比摩耗率とも粒径が小さくなるほど改善する傾向を示す。ただし、比摩耗率においては、40nm よりも 80nm の方がより改善効果が高い。つまり、粒径の違いによ

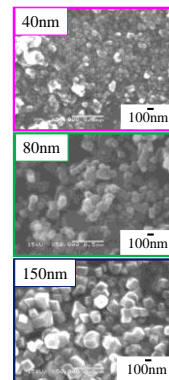


Fig.1 SEM photographs of three types of nano-sized CaCO_3 .

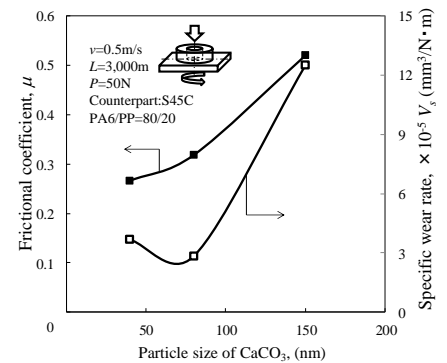
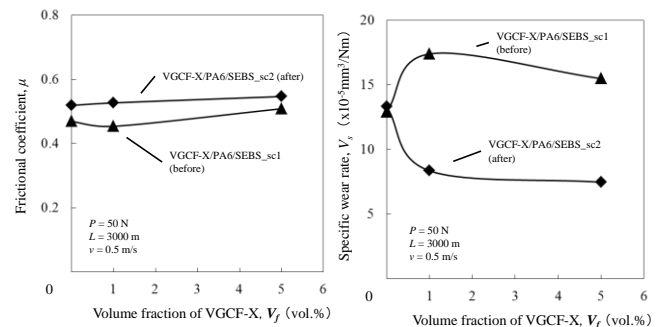


Fig.2 Influence of particle size of nanosized CaCO_3 on the tribological properties of PA/PP/ CaCO_3 composites.

り、摩擦摩耗メカニズムが異なるためである。今後はこれらの詳細なメカニズムを解明するために、摩耗粉や相手材表面などの観察を行っていく予定である。

2.2 成形加工による手法

これまでに 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やそのメカニズムなどを明らかにしてきた。特に VGCF の分散性向上によりトライボロジー的性質をはじめとした各種物性が向上することを明らかにしており、今年度は、その VGCF の分散性向上のため、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た結果を報告する。スクリュ形状の見直しについては、二軸押出機メーカーが開発した混練 CAE ソフトを用い、フィラー分散性向上するスクリュピースのパターン設計を行い、押出機内部で



(a) Frictional coefficient (b) Specific wear rate
Fig.3 Effect of screw pattern on the tribological properties of ternary nanocomposites (VGCF/PA6/SEBS-g-MA).

の材料充填率, トルクや対流時間などの最適化を検討し, 混練部と圧縮部のスクリュース形状を決定し, 実際に製作したものを用いた. これらの詳細については, スペースの都合上, 省略する. Fig.3 にスクリュース形状の違いが多成分系複合材料 (VGCF/PA6/SEBS-g-MA) のトライボロジック的性質に及ぼす影響を示す. ただし, Fig.3(a)が摩擦係数, Fig.3(b)が比摩耗率である. 摩擦係数は従来形状 (sc1, before) および変更形状 (sc2, after) とともに大きな違いは認められないものの, 比摩耗率はスクリュース形状の違いにより充填量依存性が異なり, 変更形状 (sc2) では VGCF 充填により大きく改善される. これは材料内部構造を SEM 観察したところ, SEBS-g-MA 分散相はスクリュース変更前後で違いは認められないものの, VGCF 分散状態はスクリュース形状の違いにより異なり, 変更後のスクリュース形状 (sc2) では従来形状 (sc1) で認められる凝集体が確認されずに分散状態が良好であることに起因しているためと考えられる. 今後は, この変更形状のスクリュースを用いて, 他の多成分系複合材料の各種物性に及ぼす影響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

これまでに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およびその表面特性などについて報告してきた. 今年度は, その続報として, ポリテトラフルオロエチレン (PTFE) 表面のフェムト秒レーザーを用いた微細加工について, 更なる微細化検討やそれらの表面特性を検討した結果を報告する. また, フェムト秒レーザーによる微細加工については, 先行研究⁽¹⁾で報告されている SUS などの金属側表面に施したものに, 高分子材料をしゅう動試験した結果についても併せて報告する.

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. 溝の微細化のため, 昨年度からレーザー加工条件を次のように変更して加工した. レーザ出力は (0.2W→) 0.001W, レーザ速度を (200mm/min→) 15mm/min, およびスポット径を (10μm→) 1.7μm に変更した結果, Fig.4 に示すように幅 (27.5μm→) 10.1μm および深さ (12.8μm→) 6.8μm の溝形状を加工することが可能となった. ただし, () 内の値は昨年度までの検討の内, 最も微細加工できた場合の値である. これらの微細加工条件を用いて, Fig.4 に示すように溝と溝のピッチ間隔を 20, 50 および 100μm と変更した微細構造を PTFE 表面に加工し, これらの摩擦特性を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. 試験条件としては油潤滑下 (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), すべり速度 v を 20mm/s, 荷重 P を 0.5N, およびすべり距離 L を 300mm とし, 相手材としては SUJ2 ボール ($\phi 2.5$ mm) を用いて評価した. Fig.5 に表面微細構造を付与した PTFE の摩擦特性に及ぼす溝間隔の影響を示す. 溝間隔が 20mm および 50mm では, 未加工 PTFE よりも高い摩擦係数を示すのに対し, 溝間隔 100mm では低い摩擦係数を示す. Tian らによると, チタン表面に同様な溝の微細構

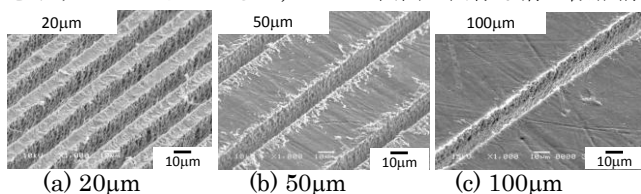


Fig.4 SEM photographs of surface microchannel on the PTFE at various pitch distance.

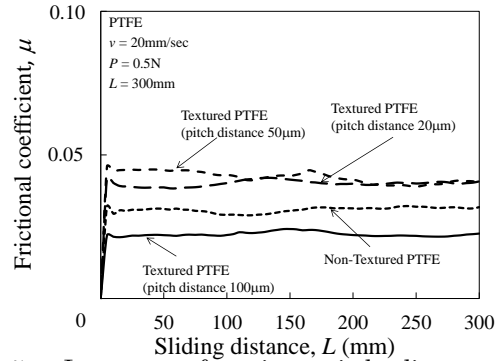


Fig.5 μ L curves of various pitch distance of micro-structured PTFE against SUJ2.

造を付与した場合に, 摩擦係数に及ぼすピッチ間隔としては, ピッチ間隔が狭くなるほど低下し, ピッチ間隔が閾値を超えると一定の値を示すことが報告されている⁽²⁾が, 本結果では異なる傾向を示す. これらについては, 試験条件等の影響も考えられるため, 今後詳細に検討していく予定である.

次に, 金属 (SUS304) 側に微細構造を付与させ, それらに対する高分子材料 (PTFE) のしゅう動特性を評価した結果を報告する. SUS304 表面への微細構造は幅 3mm×長さ 25mm の範囲に, フェムト秒レーザー (サイバーレーザー (株), IFRIT) を用いて, レーザ波長 800nm, パルス幅 190fs, 繰り返し周波数 1kHz, レーザ出力 1.0W, レーザ送り速度 600mm/min, 焦点距離 46.0mm およびピッチ間隔は 100μm の加工条件とし, Fig.6 に示す周期的な構造を有するサブミクロンスケールの微細構造を付与した. ただし, 微細構造を形成するためのレーザー走査方向は, 異なる 2 方向: しゅう動方向 (長手方向) と平行方向の構造 (MD: Machine Direction) およびしゅう動方向と直行方向の構造 (TD: Transverse Direction) を用いて加工し, それらと表面未加工 SUS304 との比較評価を実施した. Fig.7 に PTFE の往復動式ボールオンプレート型すべり摩耗試験結果である各種微細構造を施した SUS304 に対する PTFE の摩擦係数 μ_k とすべり距離 L の関係を示す. ただし, 試験条件としては油潤滑下 (前述と同じ), すべり速度 v を 20mm/s, 荷重 P を 5N, およびすべり距離 L を 20mm とし, 樹脂試験片としては

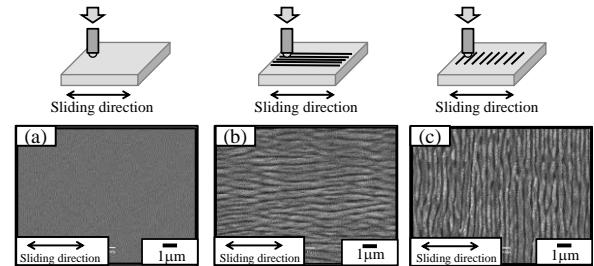


Fig.6 The schematic diagram and SEM photographs of relationship between sliding direction and microstructures: (a) Non-textured, (b) Textured (MD), and (c) Textured (TD).

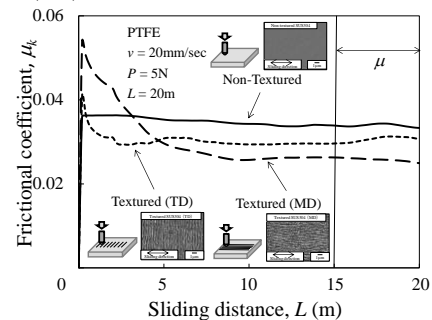


Fig.7 μ L curves of PTFE against various microstructured SUS304.

PTFE ボール ($\phi 2.5\text{mm}$) を用いて評価した。摩擦係数とすべり距離の関係は微細加工有無および微細加工の向きにより異なり、特に摩擦係数が定常状態となるすべり距離 $L=15\sim 20\text{m}$ 間における摩擦係数の平均値から (平均) 摩擦係数 μ を求めた結果、微細構造付与およびその方向性により PTFE の μ は異なり、未加工 $> \text{TD} > \text{MD}$ の順に μ は低くなる。つまり、微細構造はしゅう動方向と同一の平行方向 (MD) の方が、しゅう動方向と直角方向 (TD) よりも、低摩擦化できることがわかる。これらについては試験後の SUS304 表面上に付着する樹脂の移着の仕方が異なることを SEM 観察等により確認している。今後はこのような金属側に微細構造を付与した系への高分子材料の摩擦特性についても継続して評価していく予定である。

3. 高分子ブラシ薄膜による表面複合化

3.1 高分子ブラシと摩擦

材料の表面に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。ポリマーブラシは良溶媒中で低摩擦性を示すことから、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、高い浸透圧によりブラシ鎖が伸張し垂直荷重に対して反発力を生じるとともに、優れた流体潤滑膜を形成するため表面の摩擦係数が低減することが知られている。そこで本研究では、機械摺動部材として広く用いられている金属表面にポリマーブラシ薄膜を調製する方法を確立し、良溶媒中における動摩擦係数の低減効果を検討した。

3.2 親油性高分子ブラシの調製とトライボロジー

表面開始剤となる 11-(2-bromoisobutyloxy)undecyl phosphonic acid (**1**) を合成し、これを真空紫外光により親水化したステンレス (SUS304) 基板表面に溶液法を用いて固定化した。これを重合開始点として FeBr_2 を触媒として hexyl methacrylate (HexMA) を表面開始原子移動ラジカル重合 (SI-ATRP) することで poly(HexMA) ブラシを調製した (Fig. 8)。直径 10 mm のステンレス球を摩擦圧子とし、垂直荷重 0.49 N 条件下で大気中およびトルエン中における動摩擦係数を直線摺動型摩擦試験器 (新東科学製 Tribostation Type32) により測定した。なお、ボール圧子の表面にも基板と同様の poly(HexMA) ブラシを付与した。

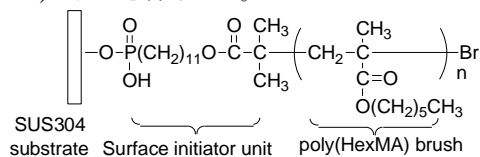


Fig. 8. Chemical structure of poly(HexMA) brush on SUS304 substrate

金属との相互作用が強いリン酸基を有する **1** を SUS 基板表面に固定化し、SI-ATRP により数平均分子量 $M_n = 850000$ 、膜厚 33 nm の poly(HexMA) ブラシ薄膜が SUS 基板表面に得られた。poly(HexMA) に対して良溶媒であるトルエン中にこのブラシ基板を浸漬し、動摩擦係数 (μ) を測定した (Fig. 9)。Hertz 接触仮定から求められる面圧は 236 MPa という高い値でありながら、幅広い摩擦速度範囲 $10^{-4} \sim 10^{-1} \text{m s}^{-1}$ において極めて低い $\mu < 0.02$ を示した (Fig. 9a)。一方、未処理の SUS 基板の μ は 0.18 以上の値を示した (Fig. 9b) ことから、ポリマーブラシ薄膜による摩擦低減効果は明らかである。また、摩擦速度とともに μ が低下し 0.01 以下にまで達していることから、ブラシが安定な流体潤滑膜の形成を促し境界潤滑から流体潤滑へと潤滑機構が移行していると考えられる。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ったと考えられる。

一方、水中においてブラシ基板の μ は 0.15 以上の値を示した。水は poly(HexMA) に対して貧溶媒であるため poly(HexMA) 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であるステンレス球と相互作用が強くなり、 μ が大きくなったと考えられる。

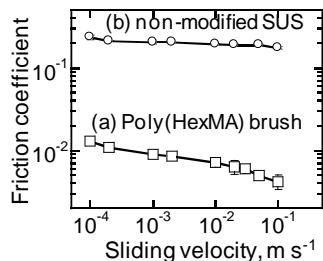


Fig. 9. Sliding velocity dependence of the friction coefficient of (a) poly(HexMA) brush on stainless steel plate in toluene by sliding a SUS304 ball with the poly(HexMA) brush and (b) non-modified SUS304 plate in toluene by sliding a SUS304 ball over a distance 10-30 mm at sliding velocity of $10^{-4} \sim 10^{-1} \text{m s}^{-1}$ under a load of 0.49 N at 295 K.

耐摩擦性を評価するために Poly(HexMA) ブラシのくり返し摩擦評価を行った。荷重 0.49 N、振幅 30 mm、走査速度 $2.0 \times 10^{-3} \text{ms}^{-1}$ の条件で可動ステージの直線往復摩擦を行った (Fig. 10)。未処理の SUS304 基板の摩擦係数は摩擦初期に 0.2 ~ 0.4 の高い値を示し、摩擦回数とともに 0.3 に収束する傾向が認められた。これは初期段階で摩擦が発生し、摩擦痕が形成されると摩擦軌道が生成することで摩擦係数が一定の値になったと考えられる。一方、ブラシ基板では約 900 往復に至るまで摩擦係数は 0.05 以下を維持し、それ以後は上昇した。繰り返し摩擦により poly(HexMA) ブラシ薄膜の摩擦が進行し、ブラシ層が消失したときに摩擦係数が増大したと考えられる。

ブラシ薄膜の耐摩擦性を向上させるには化学的に分子内に架橋構造を導入する方法や、マイクロメートルオーダーの微細構造体にブラシを固定化する方法など、いくつかの方法が提案されており、親油性ブラシに適した工夫を今後展開する予定である。

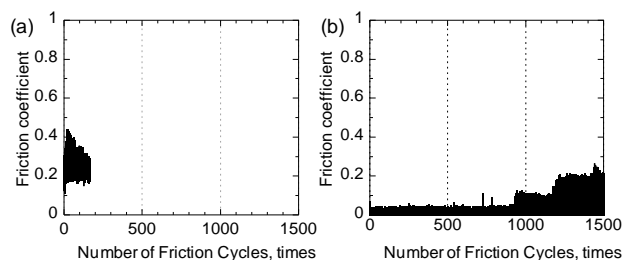


Fig. 10. Number of friction cycles of friction coefficient on of (a) non-modified SUS304 plate in toluene by sliding a SUS304 ball and (b) poly(HexMA) brush on SUS304 plate in toluene by sliding a SUS304 ball bearing the poly(HexMA) brush over a distance 30 mm at sliding velocity of $2.0 \times 10^{-3} \text{m s}^{-1}$ under a load of 0.49 N at 295 K.

3.3 シワによる表面構造の付与

自然界には可逆的に表面を変形させ機能を発現する表面が多く存在する。例えば、タコの吸盤やナメクジは表面を変形させることで吸脱着を制御している。また、イルカは高速遊泳時に表皮にシワを発生させ、流体抵抗を低減させている

と言われている。その機構は未だに解明されてはいないが、マイクロメートルオーダーの微細凹凸構造が摩擦低減に寄与する可能性がある。そこで本研究では可逆的に微細凹凸構造を形成させる方法としてシワに着目した。

柔軟で平坦な材料表面に比較的硬い薄膜を密着させ、非破壊的に座屈(buckling)すると面内方向に加えられた圧縮ひずみにより表面に凹凸構造(シワ)が発生する。この凹凸構造は、サイン波状の滑らかな断面形状を示し、その周期(λ)は次式に示すように材料のヤング率(E_h , E_s)と表面薄膜の厚み(h)に応じた間隔となる。

$$\lambda \propto h \left(\frac{E_h}{E_s} \right)^{1/3}$$

ここで、 E_h は硬い薄膜材料のヤング率で E_s =柔軟な基板のヤング率である。本研究では柔軟なポリジメチルシロキサン(PDMS)材料表面に全芳香族ポリアイミド(PI)薄膜を調製し、シワの形成を試みた。Fig. 11 に示すようにポリアミック酸をSi基板にスピコートし、高温加熱することで閉環反応を経てポリアイミド薄膜を調製した。ここに熱硬化性PDMSを塗布し熱架橋させた後、水中でSi基板を剥離すると目的とするPI薄膜固定化PDMSが得られた。

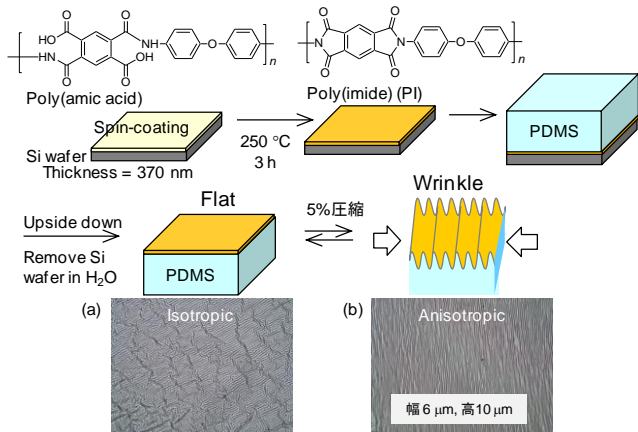


Fig. 11. Preparation of wrinkle microstructure on polyimide thin film attached to poly(dimethylsiloxane) (PDMS). Laser microscopy images of the surface morphology of (a) original flat state and (b) wrinkle structure with stripe orientation on buckled PDMS.

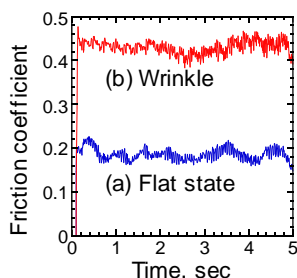


Fig. 12. Friction coefficient in water of (a) flat surface and (b) wrinkle structure surface on polyimide thin film attached to PDMS by sliding a glass ball over a distance 10 mm at sliding velocity of $2.0 \times 10^{-3} \text{ m s}^{-1}$ under a load of 0.49 N at 295 K.

これを面内方向に5%圧縮するとPI表面に周期(幅)6 μm 高さ 10 μm のシワが形成する様子がレーザー顕微鏡により観察された。PI薄膜の厚さ $h = 370 \text{ nm}$ であり、それぞれのヤング率は $E_h = 3.0 \text{ GPa}$ 、 $E_s = 1.3 \text{ kPa}$ である。シワの周期の理論値は 4.8 μm であり、実測値と近い値であった。圧縮を開放しても等方的な小さな凹凸構造が残存したが、この手法によりマイクロメートルオーダーの周期的構造体を可逆的に形成する材料表面が構築できることを確認した。

次に、直径 10 mm のガラス球を圧子とし、荷重 0.49 N、

振幅 10 mm、走査速度 $2.0 \times 10^{-3} \text{ ms}^{-1}$ の条件で直線摺動摩擦試験を行った。大気中で摩擦すると容易にPI薄膜がPDMSから剥離した。今後の研究の展開も考慮し、水中での摩擦係数を測定すると Fig. 12 のように平坦時には 0.2、シワに対して垂直方向の摩擦係数は 0.4 を示した。シワの周期よりも摩擦圧子の曲率半径が圧倒的に大きいため、シワの表面では摩擦圧子との接触面積が平坦時より小さくなることで摩擦力の低下を予想していたが、逆の結果が得られた。

今後、PI表面にポリマーブラシを付与し、微細構造サイズを適切に工夫することで流体抵抗の小さな表面の構築を試みるとともに、生物の体表を規範とした新しい表面設計を目指す予定である。

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、第一のテーマとしては、材料設計による手法としては多成分系複合材料に充填する CaCO_3 の粒径を微細化することによりトライボロジー特性が改善すること、また成形加工による手法ではスクリュ形状を変更することで摩擦特性を改善できること、さらには表面構造付与による手法としては、フェムト秒レーザーを用いてPTFEへ微細構造として幅 10mm および深さ 7mm 程度の微細溝を形状できること、またピッチ間隔を変更することで摩擦特性を制御できること、そして金属側表面にフェムト秒レーザーにより微細構造を施したものに対するPTFE球の摩擦特性も明らかにした。

一方、第二のテーマでは、親油性高分子ブラシ薄膜をSUS基板上に付与すると有機溶媒による潤滑効果が飛躍的に向上することを明らかにした。これを表面微細構造体にも展開することでさらなる低摩擦表面が得られることが期待される。

そのため今後は、上記の第一および第二のテーマで得られた知見を組み合わせ、より良い高分子系トライボマテリアルの開発を検討していく予定である。

<参考文献>

- (1) 沢田博司, 川原公介, 二宮孝文, 森敦暢, 黒沢宏, 精密工学会誌, 70, 2004, pp.133-137
- (2) H. Tian, N. SAKA, M.P. Suh, *Tribology Transaction*, 32, 1989, pp.289-296

査読付き論文

- (1) 西谷要介, 中村圭佑, 北野武, フェムト秒レーザーを用いた金属相手材の表面微細構造に対するPTFEおよびPOMの摩擦特性, *材料試験技術*, 61, 2016, pp.12-20
- (2) M. Kobayashi, M. Kaido, A. Suzuki, A. Takahara, *Tribological Properties of Cross-linked Oleophilic Polymer Brushes on Diamond-Like Carbon Films*, *Polymer*, in-press..

ほか

学会発表

- (1) Nishitani Y., Mukaida J., Yamanaka T., Kajiyama T., and Kitano T., Effect of Processing Sequence on the Dynamic Viscoelastic Properties of Ternary Biomass Composites (Hemp Fiber/ PA1010/ PA11E) in the Molten State, The Proceedings of Regional Conference of Polymer Processing Society (PPS-2015), 2015, Graz (Austria).
- (2) Kobayashi M., Repeatable Adhesion System Using Proton-acceptable and Donative Polymer Brushes, 2015 International Chemical Congress of Pacific Basin Societies, 2015, Honolulu (USA)

ほか

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⁾⁽²⁾ 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を想定し、デバイスに供給した液体から一定量の微小液滴を生成して所定の位置に輸送するデバイスを製作し、液滴生成の精度と輸送性能、耐久性を向上させることを目的とした。

2. 液滴輸送の原理

EWOD を利用した液滴輸送には、大きく分けて、一枚の基板上で液滴を輸送するものと、上部基板と下部基板の間に液滴を挟んで輸送するものの 2 種類がある。今年度の目的である液滴の生成を行うデバイスでは、電界により液滴を基板と平行な方向に圧縮した上で、垂直方向にも圧縮して圧力を高め、液滴を両側に押し出して分離する必要があるため、2 枚の基板間に液滴をはさむ形式のデバイスを用いた。図 1 に、EWOD デバイスの構造と動作原理を示す。下部基板には制御用の電極層、絶縁層、撥水層を順に成膜する。上部基板にはグラウンド電極、撥水層を成膜する。上部の撥水層が十分に薄ければ液滴の電位はグラウンド電位に近くなり、下部の電極に電圧を印加すると液滴との間に電位差が生じ、電極との重なりが大きくなる方向に静電力が働き液滴が移動する。この現象は、電位の高い部分の濡れ性が増加したと解釈することもできる。電圧が印加された電極上に液滴が重なると、液滴は平衡状態に達して静止する。電圧を印加する電極を順次移動していけば、それに追従して液滴が連続的に移動する。

3. デバイスの製作

下部基板にはガラスを用いて、その上に電極層のクロムを電子ビーム蒸着により $0.3\mu\text{m}$ 成膜し、フォトリソグラフィとエッチングにより制御用電極、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 $1\mu\text{m}$ 蒸着し、撥水層に Teflon AF をスピニングコートで $0.1\mu\text{m}$ 塗布した。上部基板は、液滴を観察できるようにガラス基板上に厚さ 1

μm の透明な ITO 電極をスパッタリングで形成し、撥水層として $0.1\mu\text{m}$ の Teflon AF を成膜した。スペーサは、液滴が吸引されることを防ぐため、CFRP 板の両面に撥水剤を塗布し、輸送実験では厚さ 0.5mm 、生成実験では厚さ 0.3mm になるように調整した。

電圧の印加方法は、ファンクションジェネレーターで一定周波数のパルスが発生し、8 出力の PIC を用いて図 2 のように隣り合う 2 つまたは 3 つの電極に同時に電圧を出力し、パルス入力周期 T に従って電圧の印加先を一つずつ移動させるようにした。一つのデバイスには 24 個の電極があり、図 2 に示す 8 個の電圧パターンを 3 か所に並列に印加した。

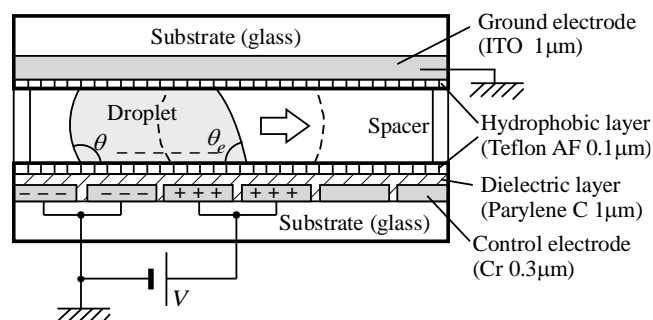


Fig.1 Structure of the EWOD device

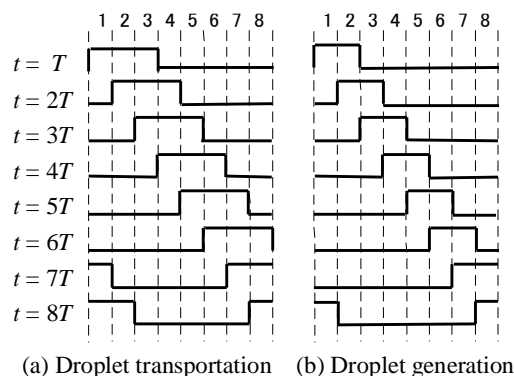


Fig.2 Sequence of applied voltage

4. 液滴輸送実験

製作したデバイスを用いて液滴輸送実験を行い、電極形状が輸送速度、液滴量に及ぼす影響を調べた。液体として純水を用い、電極形状として図 3 に示す「くの字形」(頂角 113° と 143°) と長方形の合計 3 種類を用意した。印加電圧は 100V として図 2 (a) のパターンを用い、液滴量を $0.8\mu\text{l}$ で固定して周波数を 1Hz ~ 300Hz まで変化させた場合と、周波数を 1Hz で固定し、液滴量を $0.5\mu\text{l}$ ~ $3.5\mu\text{l}$ まで変化させた場合について、輸送の可否を調べた。輸送可能であった周波数と液滴量を表 1 に示す。くの字形電極では長方形電極に比べて高い周波数まで輸送を行うことができた。これは、くの字形

の方が表面張力の作用により電極間の段差を乗り越えやすいためと考えられる。また、液滴量を変えた実験では、電極形状による差は小さく、電圧の印加範囲よりも液滴の占める面積が大きくなって輸送は可能であった。しかし、本実験では電極8個毎に同じ電圧パターンを印加したため、水滴が電極8個分(約3 μ l)より大きくなると後方の電圧の影響を受けて輸送が不安定になった。

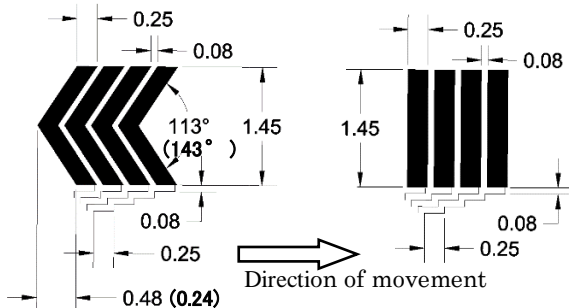


Fig.3 Shapes of electrodes

Table 1 Experimental results for the droplet transportation

Electrode shape	Frequency	Droplet amount
Dogleg (113°)	1~100 Hz	0.5~2.5 μ l
Dogleg (143°)	1~100 Hz	0.5~3.25 μ l
Rectangle	1~10 Hz	0.5~3.0 μ l

5. 液滴生成実験

次に、基板上的 reservoir 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作成した。液体をためておく reservoir の形状は、図4に示すように6.6mm 角の正方形とし、そこから液滴を引き延ばして小さな液滴を分離、輸送するための電極形状は、くの字形(頂角113°, 143°)と長方形の3種類を製作した。液体は純水を使用し、印加電圧150V, 周波数1Hz, 純水の供給量を20 μ lとした。電圧印加パターンは、試行錯誤の結果、図2(b)のように隣合う2つの電極に印加する方法を採用した。その結果、図5に示すように液体が電極8個分引き延ばされた後に、8, 9番目の電極と reservoir が同時にオンになり、電極2個分の液滴が分離し、残りの液体を reservoir に引き戻すことができた。電極形状の違いによる液滴の生成量と標準偏差を表2に示す。

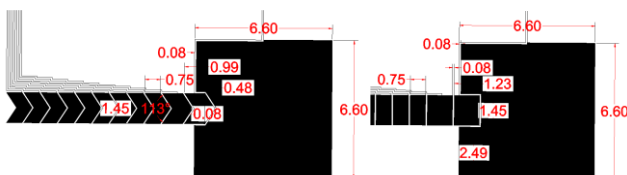


Fig.4 Shapes of electrodes for the droplet generation

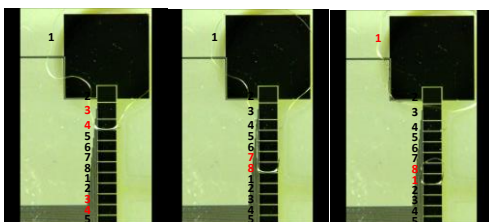


Fig.5 Snapshots of the droplet generation

Table 2 Experimental results for the droplet generation

Electrode shape	dogleg (113°)	dogleg (143°)	rectangle
Averaged volume	0.75 mm ³	0.91 mm ³	0.80 mm ³
Standard deviation	0.2 mm ³	0.12 mm ³	0.03 mm ³

実験の結果、長方形の電極を用いた場合に連続5回の液滴生成を行うことができ、液滴の体積のばらつきが最も小さくなった。この理由は、長方形はくの字形のような凹部がないため電極に近い形状の液滴が生成され、電極からはみ出す部分が少ないためと考えられる。

6. 絶縁層材料の検討

本研究では、これまで絶縁層としてパリレン C を用いてきたが、耐熱性、密着性が低いために、上に成膜する撥水材料を十分に焼成することができず、繰り返し輸送を行うと撥水膜が劣化し、耐久性に問題があった。そこで、デバイスの耐久性の向上を目的として、絶縁層に SiO₂ を用いることを検討した。SiO₂ 薄膜は耐熱性が約1000°Cと高く、体積抵抗率も10¹⁷ $\Omega \cdot \text{cm}$ で絶縁性の高い材料であるが、パリレン C に比べて凹凸面での被覆性が悪く、従来のデバイスの製作方法では絶縁性能が得られなかった。このため、基板表面の洗浄方法を変更して有機膜の除去を行い、クロム電極の膜厚を300nm から100nm に変更して段差の低減を行った。その上に SiO₂ 膜をスパッタリング法により成膜し、漏れ電流を測定して体積抵抗率を算出したところ、10¹⁷ $\Omega \cdot \text{cm}$ 台の高い絶縁性能が得られた。このことから、電極の膜厚を薄くするなどの工夫をすれば、パリレン C よりも高耐熱性の絶縁層が得られ、耐久性の高いデバイスの製作が可能になると考えられる。なお、漏れ電流の測定と体積抵抗率の算出は、テーマ1.1の装置の提供、技術協力を得て行った。

7. 結言

- EWOD を利用した液滴制御デバイスにおいて、電極形状が液滴の輸送、生成に及ぼす影響を調べた。その結果、液滴輸送においては、くの字形の電極が適しており、液滴生成では長方形の電極を用いることにより、生成する液滴の体積のばらつきを小さくできることを確認した。
- 絶縁層に SiO₂ を用いることにより耐熱性、密着性の向上が期待できることを示した。

<参考文献>

- Chang-Jin Kim, et al., Journal of Microelectromechanical Systems, 12, 1 (2003) pp.70-80.
- R. B. Fair, Microfluidics and Nanofluidics, 3 (2007) pp. 245-281.

査読付論文

- Fujie H., Oya K., Suzuki K. et al., Stem Cell-Based Self-Assembled Tissues Cultured on a Nano-Periodic-Structured Surface Patterned Using Femtosecond Laser Processing, International Journal of Automation Technology, 10(1), 2016, pp. 55-61.

招待講演

- 鈴木, EWOD(Electro Wetting On Dielectric) を利用した液滴輸送, 精密工学会 超精密位置決め専門委員会定例会, 2015.

学会発表

- 白石, 柳澤, 鈴木, 高信, 三浦, EWOD を利用した微量液滴の生成と排出の研究, 第7回マイクロ・ナノ工学シンポジウム, PN-021, 2015. 他3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

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材料除去過程を把握する必要がある。

これまでの研究報告ならびに筆者らの単発放電実験から、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加工液の気化爆発で生じる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てきた¹⁾。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、気化爆発力が弱まることを期待した。通常の放電加工では、気化爆発力が弱まると、熔融した材料を飛散させる効果が減少し、白層と呼ばれる熔融再凝固層が多く残存する。その結果、鋼材表面では凝固時に生じる引張り応力により、加工面にクラックが発生する原因となる。ただし、放電加工を利用した表面処理を行う観点からは、適切な材料と温度状態が確保されれば、化学反応を伴った各種被膜生成の可能性が生じる。

また放電加工は、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。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であること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、形状変化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高エネルギーの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。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。

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。本年度は研究の中間まとめである3年目を終えるにあたり、これまでのまとめを行う。両者とも基礎実験を終え、応用研究を行い始めたところである。いかに両者のまとめを示す。

3. 窒素混入マイクロバブル放電加工による表面処理

加工実験は、ソディック製の形彫放電加工機 AM3L を用いた。基礎実験においては、マイクロバブル混入の有無による放電加工特性の違いを各種材料ならびに放電条件により確かめてきた。その結果、炭素鋼の加工においては電極極性により加工特性が異なること、特に加工速度はマイクロバブルを混入することにより減少し、その理由は単発放電除去量が減少することによることが分かっている。放電痕除去量が減少するとはすなわち、熔融再凝固層が多く残存することを示している。通常の放電加工では、クラックの原因となるこの層は、排除されるべき層であるが表面処理層として利用することができれば新たな活用法が望める。

マイクロバブル放電加工における放電表面処理の試みとして、従来の空気をマイクロバブルとして混入するのに対し窒素をマイクロバブル化して放電加工の極間へ導入した。これにより、窒化物層の生成を期待し、鋼材への窒化処理または、チタン材料への TiN 被膜の生成をねらった。

実験は表1の条件を用いて、従来同様直径10mmの電極中央にバブル噴出孔を設けた銅電極により連続放電加工を

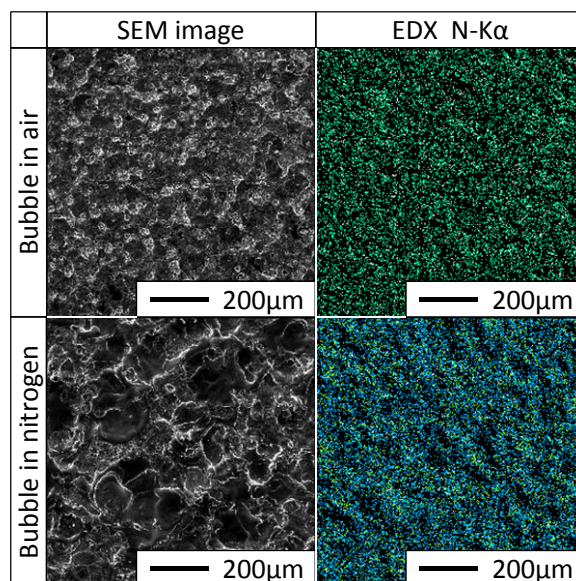


Fig.1 SEM image and surface elementary analysis

Table 1 Discharge conditions

Electrode polarity	Discharge current	Pulse duration	Pulse interval	D.F.
(+), (-)	10A	32μs	32μs	50%

行った。空気混入と窒素混入の各種加工特性を比較した。加工速度、加工面粗さ、電極消耗率などの基本特性に大きな差は見られなかった。ただし、加工材料をチタンとし電極極性(-)の加工において、加工面に窒素加工物の生成が認められTiN生成の可能性が見いだされた。同条件の大気混入においては、大気中にも窒素が存在するにもかかわらずその効果が期待できなかった。両者の加工面のSEM画像とEDXによる面分析結果を図2に示す。また、同様の放電条件においても、窒素ガスをマイクロバブル化せずに直接極間に導いても窒素化合物の生成は確認できなかったことから、マイクロバブル化して極間に存在することが重要であることが分かった。

4. 永久磁石に対する放電・電解加工の加工特性比較

これまで直径10mm、高さ10mmのネオジム磁石を突き当て放電加工にて、加工後の表面磁束密度は、加工中の磁石内部温度により変化することが分かっている。また、その熱的な影響を受けた減磁層の厚さも放電条件で決定される内部温度に影響を受けていた。また角10mm、高さ5mmの角形ネオジム磁石のN極中央部に直径3mm、深さ2.5、3.5、4.5mmの底付き穴加工を行うと、加工穴深さにより対向面中央部の磁束密度が変化し、加工深さによっては転極現象も発生することがわかった。ただし、放電加工を用いた永久磁石の加工では、磁石形状の変化と磁石内部温度の上昇が複合的に影響して表面の磁束密度分布が決定している。これまでの実験では、両者の影響度合いを分離することができなかった。そこで本年度は、材料の温度上昇がほぼ無いと考えられる電解加工を用いて同様の形状加工を行い、温度上昇の影響を排除して形状変化のみによる磁束密度変化への影響を抽出することを目的とした。

放電加工は市販の加工機を利用して加工を行ったが、電解加工は自作の加工機にて穴加工を行った。図2に構成図を示す。電極は直径3mmの銅電極の中央部に直径1mmの電解液噴射孔をあけたものを使用した。電解液には、20wt%の塩化ナトリウム水溶液を用い、小型ポンプを用いて流量6.7cm³/sで流出させた。このとき、電極中央部からの流速は7.9m/sとなる。50Vの直流電源と10Ωの回路抵抗を用いて電解加工用回路を形成した。加工機の主軸はマイクロメータヘッドを手動により降下させ、加工を進行させた。極間距離の設定は、短絡が発生せずに加工が安定して進行する最小の値とし、約10μmを目指した。これはポンプ出力の状態をモニタリングすることで調整した。深さ2.5、3.5、4.5mmの加工は、マイクロメータヘッドの数値を読むことで設定した。

電解加工後に、穴対向面(S極面)の磁束密度分布の測定を行った。図3に、S極中央部の磁束密度を放電加工、電解加工それぞれの加工穴深さについてまとめた。放電加工では、穴深さ2.5mmにおいて初期磁束密度400mTから60mTほどまで大きく低減し、深さ3.5mm以降はN極に転極する。一方、電解加工では、深さ2.5mmで320mT程度と値の低減は少ない。深さ4.5mmでも160mT程度を示した。これらは、穴加工が行われることにより磁石材料自身が消失する

ため磁力が低減している影響と考えられる。別途、磁石素材を購入し放電加工にて穴加工を行い、その後着磁処理を行ったサンプルと同等の値であった。これより、着磁磁石に対する電解加工では、形状加工してから着磁処理と同様な磁束密度分布を示し、磁石内部温度の上昇に伴う影響はほぼ無いと考えられる。

実際に、深さ2.5mmの穴加工において磁石側面に直径1mmの細穴をあけ、K熱電対を挿入して加工中の磁石内部温度の測定を行った。穴位置は磁石上面より3.5mmの側面から加工した。図4に、仕上げ条件および荒加工条件の放電加工ならびに、電解加工中の磁石内部温度の測定結果を示す。放電加工では、仕上げ条件でも20℃以上の温度上昇があり、また荒加工条件では40℃以上も上昇している。加工部位より1mm下の部位における温度であるため、加工面ではさらに温度上昇していることが推察される。一方、電解加工においては、ほとんど温度上昇が見られない。この結果からも電解加工では磁石内部温度の影響は少なく、形状変化による影響が大きいことがわかった。

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) マイクロバブルの混合気体に窒素を用いた加工において、放電条件を適切に選択すれば、加工面に窒素加工物の生成が期待できることが分かった。今回はチタン材料表面にTiN被膜の可能性が確認された。
- (2) 角形ネオジム磁石のN極中央に電解加工により底付き穴加工を行った結果、放電加工とは異なり温度上昇が発生していないことを確認し、その結果未着磁磁石へ穴加工を行ってから着磁処理したサンプルと同様の着磁パターンニングを示すことが分かった。

<参考文献>

- (1) 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)

査読付き論文

- (1) Hideki Takezawa, Nobuhiro Yokote and Naotake Mohri, Influence of external magnetic field on permanent magnet by EDM, The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, DOI 10.1007/s00170-015-8187-7(2015)

学会発表

- (1) 武沢, 平川, 毛利, 磁性材料への放電加工を用いた磁気パターン形成, 2015年度日本機械学会年次大会, 2015, 北海道大学(北海道)

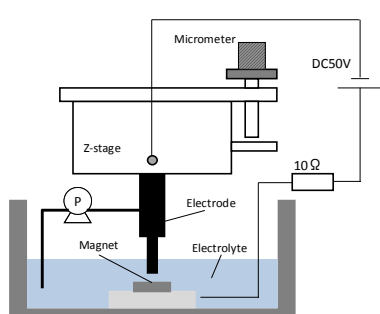


Fig.2 Schematic diagram of ECM

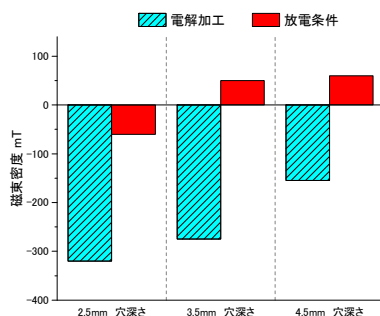


Fig.3 Change of surface magnetic field

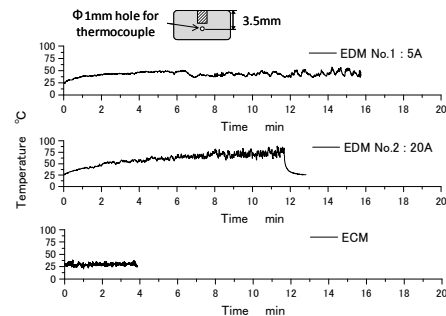


Fig.4 Change of internal temperature each machining

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。遠心分離機にセットした培養皿の底面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 1 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酸化インジウムスズ薄膜 (Fig.3&4) 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溝 (Fig.3)、または、隙間 1 μm 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)、マウスがん細胞 (Hepa1-6)、マウス骨細胞 (MC3T3-E1)、マウス脂肪前駆細胞 (3T3-L1)、マウス線維芽細胞 (L929)、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・過重力 (Fig.6)・超音波振動刺激下で細胞の増殖・分化が観察された。マイクロ尾根 (Fig.3)・マイクロコイルばね (Fig.6)・酸化インジウムスズ薄膜上において、筋芽細胞の配向・増殖・分化が観察された。マイクロ溝 (Fig.5)・マイクロスリットを通過する細胞・赤血球の捕

捉・変形が観察された。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。

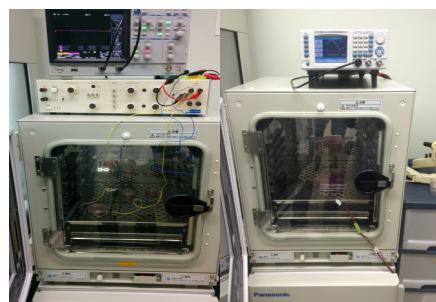


Fig.1 Electric stimulation for thirty minutes per day (Left), Piezoelectric element in incubator is vibrated by function generator (Right).

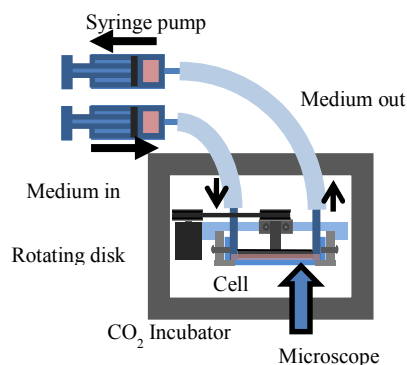


Fig.2 Rotating parallel disks system in the incubator. Cells cultured in Couette type of flow are observed by microscope.

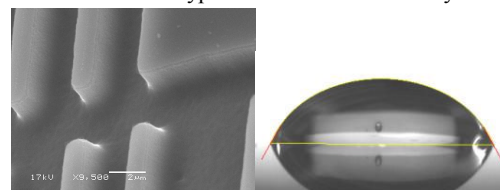


Fig.3 Scanning electron microscope image of the lines of grooves on mold before parylene coating. Perspective view (Left). Contact angle on ITO film (Right).

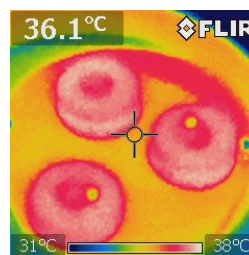


Fig.4 Temperature around ITO film after introduction of electric pulses for one hour.

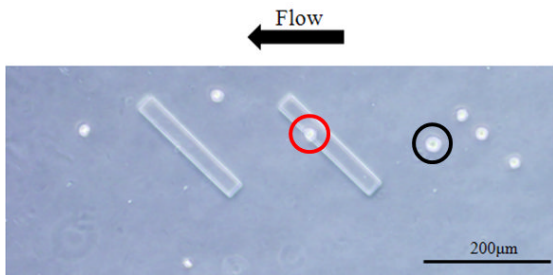


Fig.5 C2C12 in red circle is trapped in groove for 4 s. Another C2C12 in black circle moves with main flow ($2.8 \times 10^{-11} \text{ m}^3/\text{s}$) from right to left.

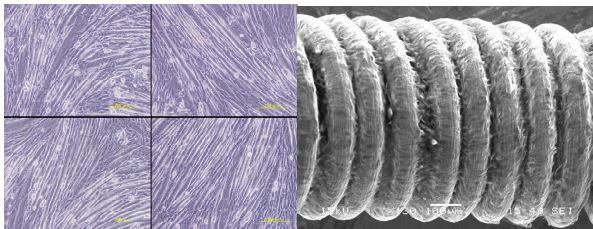


Fig.6 Myotubes on the twelfth day. Dimension from left to right is 1 mm in each section (Left). C2C12 cultured for thirty days on coil spring with electric pulse application. Dimension from left to right is 1 mm (Right).

4. 結言

- (1) マイクロ溝 (Fig.3) 上での細胞の挙動 (変形・移動) は細胞の種類によって異なることがわかった。
- (2) マイクロ溝 (Fig.5) に捕捉される様子は、細胞の種類によって異なることがわかった。
- (3) 適度な過重力 (Fig.6) は、筋芽細胞の筋管への分化を促進することがわかった。
- (4) 脂肪前駆細胞は、電気パルス刺激下 (Fig.1) で、脂肪細胞へ分化することを見出した。
- (5) 各種細胞や赤血球がマイクロスリットを通過する様子を顕微鏡下で観察できるような実験システムを製作できた。
- (6) 電気刺激中の細胞の挙動を観察できるような薄膜電極実験システムを製作できた。表面温度 (Fig.4) や表面の親水性 (接触角 (Fig.3)) と培養細胞の挙動との関連性を調べた。
- (7) 壁面せん断応力が 1 Pa 程度において、筋芽細胞の変形が最も活発であることがわかった。
- (8) 回転円盤を適用したクエット流れ下細胞培養システムを設計製作した (Fig.2)。
- (9) 適度な強度の 1 MHz の機械的振動が細胞の増殖を促進することがわかった。
- (10) チタン製マイクロコイルばね上で、筋芽細胞を培養し、電気刺激が細胞の増殖・分化に与える効果を観察した。

<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) Yusuke Takahashi, Shigehiro Hashimoto, Haruka Hino, Atsushi Mizoi, Nariaki Noguchi, Micro Groove for Trapping of Flowing Cell, *Journal of Systemics, Cybernetics and Informatics*, Vol. 13(3), 2015, pp. 1-8.
- (2) Haruka Hino, Shigehiro Hashimoto, Shoma Nishino, Hiroaki Nakajima, Yusuke Takahashi, Hiromi Sugimoto, Behavior of Cell on Vibrating Micro Ridges, *Journal of Systemics, Cybernetics and Informatics*, Vol. 13(3), 2015, pp. 9-16.

国際会議プロシーディングス (査読付き)

- (1) Atsushi Mizoi, Yusuke Takahashi, Haruka Hino, Masashi Ochiai, Shigehiro Hashimoto, Toshitaka Yasuda, Deformation of Cell Passing through Micro Slit, Proc. 19th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics, Vol. 2, 2015, pp. 270-275.
- (2) Kenta Noda, Yusuke Takahashi, Shigehiro Hashimoto, Haruka Hino, Culture of Myoblast on Conductive Film with Electric Pulses, Proc. 19th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics, Vol. 2, 2015, pp. 282-287.
- (3) Yusuke Takahashi, Kenta Noda, Shigehiro Hashimoto, Yuto Yarimizu, Haruka Hino, Culture of Myoblast on Micro Coil Spring with Electric Pulses, Proc. 19th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics, Vol. 2, 2015, pp. 298-303.
- (4) Yusuke Takahashi, Shigehiro Hashimoto, Haruka Hino, Atsushi Mizoi, Nariaki Noguchi, Micro Groove for Trapping of Flowing Cell, Proc. 19th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics, Vol. 2, 2015, pp. 292-297.
- (5) Masashi Ochiai, Haruka Hino, Shigehiro Hashimoto, Yusuke Takahashi, Rotating Disk to Apply Wall Shear Stress on Cell Culture at Microscopic Observation, Proc. 19th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics, Vol. 2, 2015, pp. 288-291.
- (6) Haruka Hino, Masashi Ochiai, Shigehiro Hashimoto, Kazutaka Kimura, Yusuke Takahashi, Toshitaka Yasuda, Effect of Wall Shear Stress in Flow on Myoblast, Proc. 19th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics, Vol. 2, 2015, pp. 246-251.
- (7) Haruka Hino, Hiroaki Nakajima, Shigehiro Hashimoto, Nobuyuki Wakuri, Yusuke Takahashi, Toshitaka Yasuda, Effect of Electric Stimulation on Differentiation and Hypertrophy of Fat Precursor Cells, Proc. 19th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics, Vol. 2, 2015, pp. 252-257.
- (8) Haruka Hino, Hiroki Sato, Shigehiro Hashimoto, Yusuke Takahashi, Effect of Excess Gravitational Force and Electric Pulse Field on Myoblast, Proc. 19th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics, Vol. 2, 2015, pp. 258-263.
- (9) Hiroaki Nakajima, Haruka Hino, Shigehiro Hashimoto, Yusuke Takahashi, Toshitaka Yasuda, Effect of Ultrasonic Vibration on Proliferation of Cultured Cell, Proc. 19th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics, Vol. 2, 2015, pp. 276-281.
- (10) Haruka Hino, Shigehiro Hashimoto, Shoma Nishino, Hiroaki Nakajima, Yusuke Takahashi, Hiromi Sugimoto, Behavior of Cell on Vibrating Micro Ridges, Proc. 19th World Multi-Conference on Systemics Cybernetics and Informatics, Vol. 2, 2015, pp. 264-269.

学会発表

- (1) Haruka Hino, Shigehiro Hashimoto, Yusuke Takahashi, Micro Ridges with Ultrasonic Vibration can Control Orientation of Cultured Cell, 42nd Annual ESAO Congress, 2015, Leuven (Belgium).

他 6 件。

2.2 ナノバイオメカニクスと組織修復への応用 Application of nano-biomechanics 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), Cartilage repair, Nano periodic structure, Anisotropic property

1. 緒言

本研究ではこれまでに、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得られる滑膜由来自己生成組織 (Stem cell-based self-assembled tissue : scSAT)¹⁾に関する検討を行ってきた。昨年度は、フェムト秒レーザーにより加工したナノレベルの周期構造と粗さを有する培養基板上で scSAT 生成を行い、scSAT の弾性率と強度が有意に増大することを明らかにした²⁾。そこで本年度は、同様の方法で培養生成した scSAT を用いた軟骨修復実験を行い、ナノ基板上で生成した scSAT の関節軟骨修復能について肉眼観察および組織学的観察を行った。

2. 実験方法

2-1. ナノ周期構造培養面の作製

ナノ周期構造の作製に関しては昨年度の報告書に記載されている²⁾が、ここで簡単に説明する。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、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, レーザフルエンス 0.5 J/cm^2 , 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。この周期構造表面に対して、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 分加熱し、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)。Nano-PDMS の周期構造のピッチは $522 \pm 9.1 \text{ nm}$, 溝深さは $48.1 \pm 23 \text{ nm}$, R_a は $16.9 \pm 4.7 \text{ nm}$ であった。

2-2. 幹細胞培養による scSAT の生成

作製した Nano-PDMS 基板上に、14 週齢の未成熟日本白色家兔の膝滑膜由来 MSCs を細胞密度 $4.0 \times 10^5 \text{ cells/cm}^2$ 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 Nano-scSAT を作成した (Fig.1)。平滑な表面を有する PDMS 上でも同様の培養を行い、通常の scSAT を作成した。

40 週齢の成熟日本白色家兔の膝蓋大腿関節面中央の大腿骨側に、直径 5 mm, 深さ 2 mm の欠損を作製し、Nano-scSAT を移植した (Nano 群) (Fig. 2)。比較対照のため、平滑な PDMS 上で培養した scSAT を欠損部に移植する群 (Flat 群) と、欠損部に何も移植しない群 (Defect 群) を設定した。移植の 12 週後に、修復部組織の肉眼観察とサフラニン O フェラストグリーン染色による組織学的検討を行った。動物実験は大阪大学医学部で、培養実験は工学院大学で、それぞれ倫理委員会の承認を得て実施した。

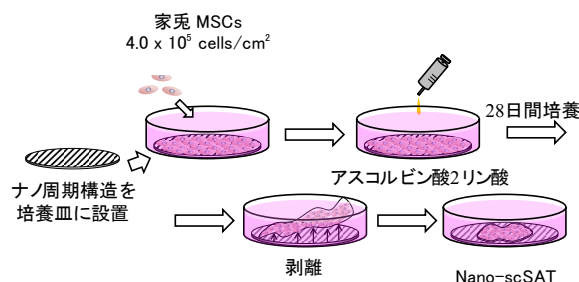


Fig.1 Nano-scSAT の培養・生成

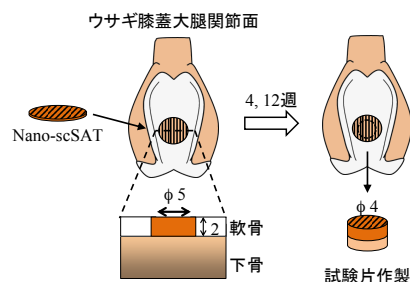


Fig.2 家兔膝蓋大腿関節面中央の大腿骨側における軟骨の部分欠損修復実験

3. 実験結果

3-1. 修復軟骨の肉眼観察結果

Fig. 3 に移植 12 週後の修復組織の肉眼観察結果を示す。3 群それぞれの中央部にある円形部分が欠損部または修復部であり、その直径は 5 mm である。欠損部に何も移植しなかった Defect 群は修復組織が認められるが、欠損部直下に存在する白色の軟骨下骨が確認できるほど、その量はわずかであり、透明に近い色合いであった。通常の scSAT で修復させた Flat 群は多量の修復組織が認められ、白色を呈していた。これらに対し、ナノ周期構造上で生成した scSAT を移植した Nano 群は Flat 群と同様に、多量の修復組織が認められ、白色を呈していた。Flat 群と Nano 群の修復組織は平滑ではなく、線状のくぼみを有していた。

3-2. 修復軟骨の組織観察結果

Fig.4 にサフラニン O フェラストグリーンによる組織観察結果を示す。この染色法は、関節軟骨内のプロテオグリカン を赤色に、細胞内の核を青紫色に、その他を緑色に染色する特徴を有している。弱拡大の組織写真内の黒の点線は、欠損作成における切り込み線の位置で、修復組織は、Defect 群ではその左側、Flat 群ではその右側である。Nano 群は修復部の中心を観察しているため、切り込み線が画面

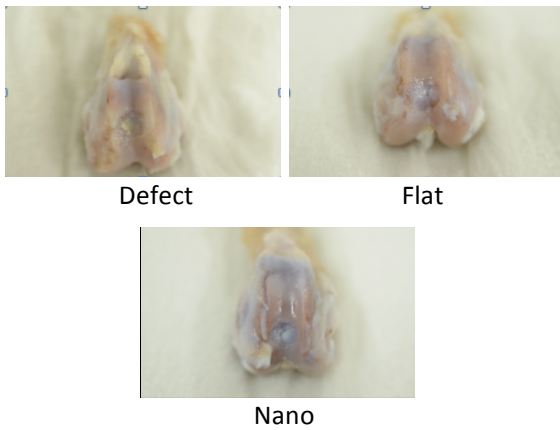


Fig.3 Nano-scSATによる修復軟骨 12 週後の肉眼観察像

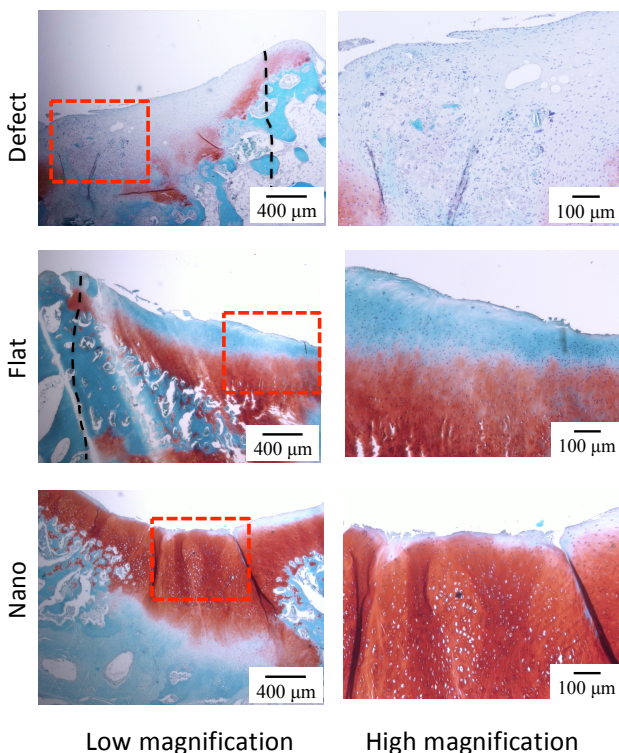


Fig.4 Nano-scSATによる修復軟骨の 12 週後の組織観察像

内にない。強拡大は弱拡大画像内の赤色点線内に相当する。Defect 群では、修復組織の量が少なく、染色性が低いことから軟骨の生成は極めて微弱であったことが分かった。Flat 群では軟骨の生成が確認され、赤色染色性の高い硝子軟骨様組織が認められたが、表面から深さ数 100 μm にわたって染色性の低い層が存在することが分かった。これらに対し Nano 群では軟骨の生成が確認され、ほぼ全ての領域で赤色染色性の高い硝子軟骨様組織が認められた。また、Flat 群と Nano 群では、表面から 500 μm 以上の深さまで到達するような線状のくぼみが観察された。

4. 考察

Dongwoo らは、MSC から産生されるコラーゲン基質の

産生量が培養表面の粗さに依存して増加すると報告している³⁾。Nano 群の scSAT は移植時において Flat 群の scSAT に比べ、多くのコラーゲン線維を含んでいた可能性がある。肉眼所見では、Nano 群は Flat 群と同様に、Defect 群に比べて軟骨の生成量が豊富であることが分かった。組織学的観察でも同様に、Flat 群と Nano 群は豊富な軟骨生成を示したが、表面近傍の組織構造に相違が認められた。すなわち、Flat 群では修復組織表層に赤色染色度の低い層が数 100 μm 程度、存在していたのに対し、Nano 群ではこの層の厚さがきわめて薄かった。正常軟骨では表面近傍に染色性の低い、いわゆる軟骨最表層が存在するが、その厚さはわずか数 10 μm であることが知られている。Nano 群の修復軟骨の表層構造は、少なくとも最表層の厚さにおいて、正常軟骨のそれに近いことが分かった。

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した scSAT を家兎軟骨欠損部に移植し、修復度を肉眼観察と組織学検討により評価した。その結果、Nano 構造上で生成した scSAT による修復軟骨は、通常の scSAT による修復軟骨に比べ、染色性の低い表層が薄く、正常軟骨に近い表層構造が獲得されることが分かった。

参考文献

- 1) Ando W. et al.: Biomaterials 28, 5462-5470, 2007.
- 2) Fujie H.: 平成 26 年度 FMS 研究成果報告書, 2015.
- 3) Dongwoo K. et al.: Biomaterials 33, 5997-6007, 2012.

査読付き論文

- 1) Shimomura K, Fujie H, et al, Next generation mesenchymal stem cell (MSC)-based cartilage repair using scaffold-free tissue engineered constructs generated with synovial mesenchymal stem cells, Cartilage, 2015; 6: 13-29.
- 2) Fujie H, Imade K, Effects of low tangential permeability in the superficial layer on the frictional property of articular cartilage, Biosurface and Biotribology; 2015 June; 1(2): 124-129.
- 3) Fujie H, Nakamura N, et al, Zone-specific integrated cartilage repair using a scaffold-free tissue engineered construct derived from allogenic synovial mesenchymal stem cells: Biomechanical and histological assessments, J Biomechanics, 2015 November; 48(15): 4101-4108.
- 4) Fujie H, Oya K, Suzuki K, et al, Stem cell-based self-assembled tissues cultured on a nano-periodic-structured surface patterned using femtosecond laser processing, Int J Automation Technology, Accepted.
- 5) Oya K, Suzuki K, Fujie H, et al, Tensile properties of stem cell-based self-assembled tissue (scSAT) biosynthesized on nanoporous structured substrate, Transactions of the ASME 2011 Summer Bioengineering Conference, 2015 June 17-20; Snowbird: 448, pp.669-670.
- 6) Fujie H, Mitsui H, Imade K, Low tangential permeability in the superficial layer improves the frictional property of articular cartilage, Proceedings of The 8th International Biotribology Forum and The 36th Biotribology Symposium, 2015 September 21-25; Yokohama: 49-52.
- 7) Fujie H, Site-, direction-, and maturity-dependent hydraulic permeability of articular cartilage, Proceedings of the International Symposium on Articular Hydrogel Cartilage, Joint Replacement, and Related Topics, 2016 January 25, 26; Fukuoka: pp. 30-32.

学会発表

- 1) 中村, 藤江, 第 35 回バイオトライボロジシンポジウム, 2015 March, 福岡.
 - 2) 柳田, 大家, 藤江, 他, 第 26 回バイオフロンティア講演会, 2015 October, 福岡.
 - 3) 小林, 藤江, 他, 第 26 回バイオフロンティア講演会, 2015 October, 福岡.
- 他7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

阿相 英孝, 小野 幸子
Hidetaka ASOH, Sachiko ONO

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

1. 本プロジェクトにおけるテーマ2.3の役割

ナノメートル、マイクロメートル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、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を考慮し、テーマ1との連携を図りながら、要求される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、軽金属材料などの固体基板を中心に扱い、他のテーマとの連携を通じて、技術・情報の共有を図る。

本研究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、それらを実現することで、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技術・情報を提供できるものと考えている。

2. 研究実施状況

前年度(2014年度)は半導体(Si)および軽金属(Mg)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、Si表面に微細構造(孔径、ポーラス層厚さ、組成など)の異なる領域をライン状に付与し、Si表面の濡れ性と細胞の接着性、伸展性に及ぼす足場材料の表面構造の影響を調査した。Mgに関しては、生分解性材料としての適用を目指し、耐食性及び生体親和性を評価した。本年度は、セラミックス系生体材料であるリン酸カルシウムをSi基板上で位置選択的に析出させる研究を通じて、規則構造表面の機能解明に取り組んだ。

3. 微細構造を制御したポーラスシリコン基板上でのリン酸カルシウムの位置選択的析出

3.1 研究の目的

医療分野においてハイドロキシアパタイト(HAp)はタンパク質等の生体分子に高い親和性を示すことから、次世代バイオセンサーの検出部としても注目を集めている。各種デバイスの基材には微細加工が容易なSiが広く用いられており、Siをベースとした様々なセンサーが開発されている。本研究ではアノードエッチングを用いてSi基板上にポーラスシリコン構造をライン状に作製し、HApの析出位置、析出形態に及ぼすポーラスシリコン表面の微細構造の影響を明らかにすることを目的とした。

3.2 実験方法

試料にはp型Si(100)基板(抵抗:0.01Ωcm)を用いた。アセトン脱脂後、10 wt% HFで自然酸化膜を除去したSiに対し、フォトリソグラフィを用いて周期100μm、開口部50μmのレジスト製ラインパターンマスクを作製した。その後Siに対して50 mA cm⁻²、90 sの条件で定電流アノードエ

ッチングを行い、ライン状にポーラスシリコン構造を作製した。電解液には46 wt% HFに対しイソプロピルアルコール(IPA)を混合した溶液を使用した。HApは0.085 mol dm⁻³水酸化カルシウムと0.05 mol dm⁻³リン酸水溶液を混合して作製し、懸濁液をろ過することで回収した。作製したHApを充分乾燥させて粉末状にした後、純水に再度分散させてHAp懸濁液を調製した。アノードエッチング後のSi基板を0.2 mol dm⁻³リン酸中に10 min浸漬し、その後基板を洗浄後、HAp懸濁液を基板上に滴下することで、HApの析出位置の制御を試みた。

3.3 結果および考察

HF, IPAの比率を変えた電解液でアノードエッチングを行った結果、HF:IPA=1:2の電解液において最も微細な孔(直径約10 nm)を持つポーラス構造が得られた。水滴接触角は約63°と他の電解液(HF:IPA=2:1で約102°, HF:IPA=1:1で約86°)と比較して低くなった。図1aにHF:IPA=1:2の混合液で作製したライン状ポーラスSiの表面SEM像を示す。矢印で示した箇所がライン状に形成したポーラス構造部である。図1bにポーラス部にリン酸を吸着させた後、HAp懸濁液を滴下した試料のSEM像を示す。HApはポーラス構造部に堆積した後に、ライン状のパターンにそって成長している様子がわかる。HApの成長は平滑なSi面とポーラスシリコン部の境界で止まっていることから、ポーラス構造部において選択的にHApの堆積と結晶の再成長が起こったと言える。エネルギー分散型X線分析(EDS)によって組成分析した結果からも、ポーラスシリコン部においてPとCaが検出された。本研究で基板上に最終的に残存した析出物のCa/P比は、HApの化学量論比(Ca/P比:1.67)に比べて低かったことから、HApが結晶成長する際にカルシウムイオン(Ca²⁺)が不足し、Ca欠損型HApやリン酸二水素カルシウムCa(H₂PO₄)₂として成長したと考えられる。



図1 (a) ライン状に形成したポーラスシリコンの表面SEM像(電解条件 HF:IPA=1:2, 50 mA cm⁻², 90s), (b) HAp処理後の同試料の表面SEM像

4. AZ31 マグネシウム合金上に形成した絶縁破壊皮膜上へのアパタイトコーティングの均一性に及ぼす前処理の効果

前年度までPDとしてプロジェクト研究に携わったアナワチ博士との研究の成果をまとめ2015年度に学術論文¹⁾として公表した。以下に研究背景と論文内容の要約を報告する。

4.1 研究背景と目的

Magnesium (Mg) and its alloys exhibit excellent biocompatibility, suitable mechanical properties and spontaneous degradation in a physiological environment which are applicable for biodegradable implant devices. In many cases of implantation, the body needs a temporary implant or device, in which case biodegradable materials represent a better option than inert ones. Historically, Mg and its alloys have been studied as implant material since 1878; however, commercial medical devices are still not available. The corrosion rate of Mg in a physiological environment is still considered to be too high, leading to two major consequences: the rapid generation of gas (H₂) bubbles and the loss of mechanical integrity. High corrosion rate was observed on the first week of implantation, as indicated by the generation of significant gas bubbles, and normally reduced in the following weeks. Therefore, improving temporary corrosion resistance of Mg implant to retard early degradation in a physiological environment is crucial. Anodization is an effective way of mitigating the corrosion of an Mg metal surface by forming an anodic oxide film to prevent direct contact of the substrate with the corrosive environment. Plasma electrolytic oxidation (PEO), also called micro-arc oxidation (MAO), is a common surface treatment used to form a ceramic-type oxide film on Mg alloys as well as on other valve metals (Al, Ti, Ta, Nb, Zr, etc.) by the application of a high anodic voltage to create intense plasma near the metal surface to induce oxidation. A PEO film is often applied on Mg alloy substrates before final organic coating. Compared with the direct application of organic coating on the bare Mg alloy substrate, the corrosion resistance of Mg alloys with a PEO film formed before organic coating was much improved. Apatite is frequently used as a final coating for orthopedic implant materials to provide bioactivation properties. The existence of apatite early during the implantation period enables the strong fixation of an implant to the host tissue or bone.

Apatite coating can be synthesized by immersion in physiological solutions such as simulated body fluid (SBF), Hank's solution and Kokubo's solution. However, it normally requires a long immersion time, in weeks, to fully cover the surface with apatite while the Mg specimen may severely degrade in such highly corrosive environment. The application of an alternative immersion method (AIM) in Ca- and phosphate-containing solutions has been reported to be an effective means of accelerating the deposition of apatite layer on a porous oxide film formed on Ti in a short time. Compared to other coating techniques, such as plasma spray and sputtering, AIM treatment does not involve application of high temperature, which is suitable for Mg substrate, considering its low melting temperature. In this work, the AIM treatment was applied on a PEO film formed on AZ31 magnesium alloy specimens. To enhance the apatite coating uniformity, alkali treatment is proposed. Alkali treatments are typically used to promote apatite nucleation on a Ti metal surface in simulated body fluid (SBF). The alkali-treated Ti metal surface becomes highly bioactive owing to the formation of a hydrated sodium titanium (Na₂Ti₅O₁₁) hydrogel layer with a submicron porous structure. The release of Na⁺ from the hydrogel layer, which is further transformed into a

Ti-OH layer during immersion in SBF, induces HA nucleation on the titanium surface. Apart from its application on metal surfaces, the specific application of an alkali treatment on a PEO film to induce strong bonding to a final coating has not been investigated. In this study, the effect of the alkali treatment on the apatite coating uniformity of a PEO film on AZ31 alloy was investigated. The corrosion resistance and bioactivity of the coated specimen were further studied by an in vitro immersion test in SBF. The electrochemical corrosion behavior was also examined by performing a polarization test in NaCl solution.

4.2 結果の概要

Anodization by plasma electrolytic oxidation (PEO) and subsequent apatite coating were performed on a biodegradable AZ31 magnesium alloy to enhance its corrosion resistance and bioactivity in physiological solution. The PEO film itself (~48 μm in thickness) exhibited low bioactivity, where only aggregated apatite particles were deposited locally on its surface as a result of the alternative immersion method (AIM) in Ca-phosphate solutions. The uniformity of apatite coating on the PEO film was markedly improved by pretreatment of the film in a dilute NaOH solution. The alkali treatment induced the formation of a nano-size platelet Mg(OH)₂ layer on the film surfaces that drastically enlarged the effective surface area for the precipitation of apatite. A uniform apatite layer as thick as 1 μm was successfully deposited on the hydroxide layer after AIM treatment. The enhanced uniformity of the apatite coating on an alkali- and AIM-treated surface significantly improved the corrosion resistance in both simulated body fluid (SBF) and NaCl solution, and the bioactivity in SBF.

<参考文献>

1. Anawati, H. Asoh and S. Ono, Enhanced Uniformity of Apatite Coating on a PEO Film Formed on AZ31 Mg Alloy by an Alkali Pretreatment, *Surf. Coat. Tech.*, 272, 182 (2015).

5. 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・マイクロ規則構造とアパタイトや細胞などの生体材料との相互作用を中心に系統的な評価を実施する。基板表面の濡れ性や異種材料との接着などを制御する課題は、バイオナノインターフェースの設計・制御の観点で重要なだけでなく、本プロジェクトの他テーマでも重要な役割を果たすことから、他テーマ担当者との連携を通じて、技術・情報の共有を強化したい。

6. 平成27年度業績リスト

査読付き論文

- (1) Anawati, H. Asoh and S. Ono, Enhanced Uniformity of Apatite Coating on a PEO Film Formed on AZ31 Mg Alloy by an Alkali Pretreatment, *Surf. Coat. Tech.*, 272, 182 (2015). 他5報

解説論文

- (1) 小野幸子, 阿相英孝, 自己組織化構造を用いたシリコンのナノ・マイクロファブリケーション(II) —金属触媒エッチングによるシリコンのパターニング—, 金属, **85**, 824 (2015).
- (2) 小野幸子, 阿相英孝, 自己組織化構造を用いたシリコンのナノ・マイクロファブリケーション(I) —アノード酸化皮膜およびコロイド結晶を利用したシリコンの微細加工—, 金属, **85**, 722 (2015). 他4報

学会発表

国際会議講演 14 件 (内招待講演 3 件)

国内会議講演 40 件 (内招待講演 13 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 cloth for sports

水野 明哲, 伊藤 慎一郎
Akisato MIZUNO, Shinichiro ITO

Keywords: Functional cloth, Sports wear, Drag reduction

1. 諸言

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, 締め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.

ウェアによるタイムの短縮が可能だと証明されたため, 流体分野でも様々な研究が進められ, 他のスポーツへの応用が期待されている. 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. Julian ら²⁾は布地のだぶつきについて調べている. 昨年度人体模型を利用して行った結果, スポーツウェアの縫い目の位置による大きな抗力軽減が見られなかった.

本研究では, 人体における腕の影響を模擬した模型を用いて腕による後流への影響を観察し流体力抵抗に与える影響を考察し, スポーツウェアへの適用を検討することを目的とする.

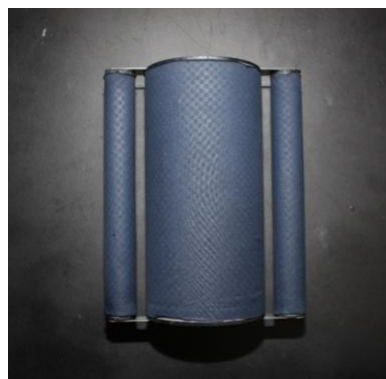


Fig.1 Test cylinder with arms

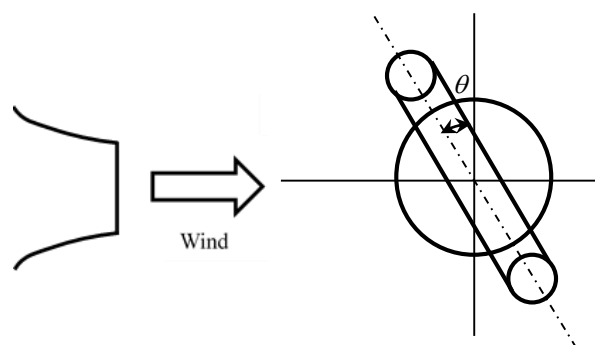


Fig.2 Definition of slant angle θ

2. 実験方法

昨年度腕付の人体模型を利用した結果を反映し, 本研究では, 布地を貼った円筒モデルに風洞実験装置を用いて流体力計測および PIV 計測を行う. 円筒モデルは, 図 1 に示す $\phi 114$ mm の塩ビ製円筒に $\phi 30$ mm の鉄製円筒を接続することで腕を模擬し, それらに布地を貼りつけたものである. 過年度研究結果により最も低抵抗であった布地 g.T4U019-301(帝人)を使用し, 圧力最低抵抗の縫い目位置は風向に対して 60° とする. 抗力試験においては $3\sim 30$ m/s の流速で 1 m/s ごとに図 2 に示す定義に基づいて腕に相当する小円筒の角度を変化させて行った. (以下小円筒を腕と呼ぶ.) 抗力試験結果を踏まえてドラッグクライシス前後の 10 m/s と 27 m/s において PIV 計測を行った. PIV 計測においてはエリアの狭さをカバーするために光源とカメラを平行移動させて得られた平均画像を組み合わせた.

3. 実験結果

3-1 抗力試験結果 図 3 は, 迎角 0° 腕付円筒モデルの流体力計測の結果である. 抗力係数に関しては抗力の大きさを比較しやすくするために中心の代表円筒のみの前面投

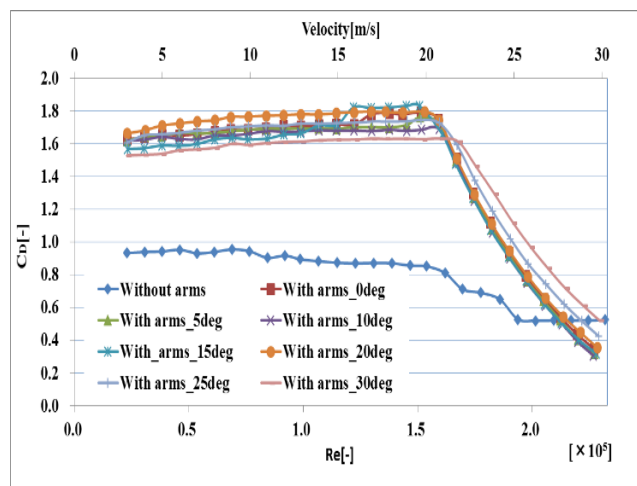


Fig. 3 Pressure drag coefficient

影面積で無次元化を行っている。円筒模型においてはドラッグクライシスを示す C_D 値の減少が $Re=1.5 \times 10^5 \sim 1.9 \times 10^5$ の範囲で起こっているのに対し、腕付模型においては $Re=1.5 \times 10^5$ 以下のレイノルズ数領域では、腕の影響で明らかに C_D 値が増大しているものの、 $Re=15 \times 10^5$ を境に急激に減少し、高レイノルズ数領域では、腕を模擬していないものと同様かそれ以下の値まで C_D 値が下がった。腕付円筒においてドラッグクライシス前では腕付円筒の角度によっては抗力の違いがみられるが、ドラッグクライシスとみられる領域においては大きな違いはなかった。

3-2 PIV 計測結果 抗力試験結果を踏まえて、ドラッグクライシス前後の流速として 10 m/s, 27 m/s の結果をそれぞれ図 4a,b に傾き角 0° のものを、図 5a,b に傾き角 30° のものを示す。モノクロではわかりにくいですが、カラーバーはそれぞれ 0-10, 0-28 を示している。図 4a においては 10m/s のものはドラッグクライシス以前のものであり腕の影響で大きく後流幅が広がっている様子が分かる。また腕と中心円筒の間から主流速と同程度の強い噴き出し流れが見られる。ドラッグクライシス後の図 4b において単独円筒後流に見られるドラッグクライシス後の後流幅の減少が観察されなかった。ドラッグクライシス前後の速度分布に関しては抗力の大幅な違いがあるにも関わらず、後流幅等の違いがない。同様に傾き角 30° のものを図 5a,b に示す。抗力試験結果で示す傾き 30° が 0° の抗力よりも小さな抗力を示したようにそれぞれの後流幅は小さくなっていることが確認できる。しかしながら、ドラッグクライシス後の後流幅においては大きな違いがみられていない。

4. 考察

円筒模型においては表面の流場の乱流遷移により剥離点の位置が変化することによって抗力の大幅な変化（ドラッグクライシス）が認められる。今回、腕付円筒模型においては腕付模型においてはドラッグクライシスと同様の抗力の大幅な変化が確認され、後流幅に関しても大きな違いを期待していたが何れの腕の傾きにおいてもそのような減少が見られなかった。腕付模型でのドラッグクライシスの原因を圧力計測等で検討する必要がある。

5. 結言

- (1) 腕を模擬した円筒が大きな影響となり、低レイノルズ数領域では C_D 値が大幅に増大した。 $Re=1.5 \times 10^5$ 付近でドラッグクライシス現象と見られる C_D 値の減少が起こった。条件によっては同レイノルズ数領域で腕を模擬していない円筒モデルよりも C_D 値が小さくなった。
- (2) PIV 計測による後流の可視化では、 C_D 値と後流の様相に相関関係が見られなかった。

<参考文献>

- (1) S.Luth L. Oggiano, L. M. Bardal and C. Saeter, L. Saetran , Dynamic measurements and drag crisis hysteresis in garment aerodynamics , *Procedia Engineering* 60 (2013) 99~105.
- (2) Julian J.C.Chua et al., "Aerodynamics of loose sports garments," *Procedia Engineering* 13, (2011) 370~375.

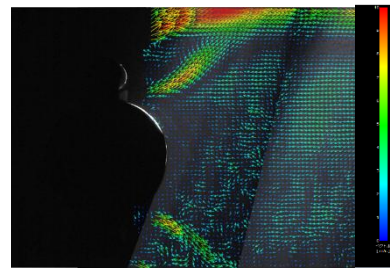


Fig. 4a Combined velocity field of with arms at 10 m/s, 0 deg.

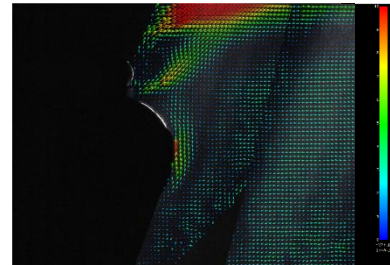


Fig. 4b Combined velocity field of with arms at 10 m/s, 0 deg.

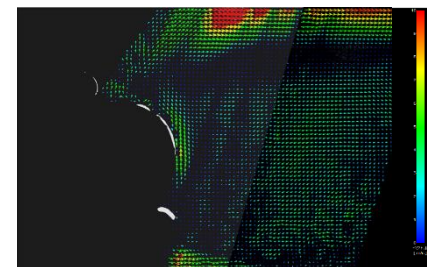


Fig. 5a Combined velocity field of with arms at 10 m/s, 30deg.

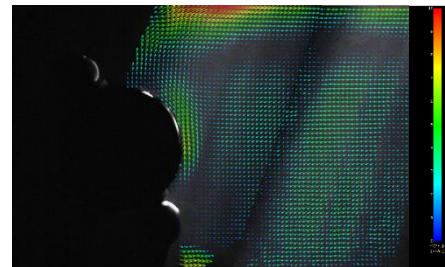


Fig.5b Combined velocity field of with arms at 27 m/s, 30deg.

学会発表

- (1) 横溝亮, 伊藤慎一郎, 洪性賛, 浅井武, 竹居賢治, スポーツウェア用布地の流体力学特性日本機械学会 2015 年度年次大会講演論文集, 2015. 9. 13., 北海道大学 (北海道)

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, Continuous Jet, Coanda Effect, Pressure Distribution, Separation Point

1. 諸言

シンセティックジェットの研究が近年、注目を集めている。これまでの研究では翼の失速制御^[1]やシンセティックジェットの基本流動特性^{[1]-[4]}に関して一定の成果が得られている。しかし、従来の基礎的研究では自由噴流状態のシンセティックジェットに着目したものが多く、推進体などの揚力・推力に関するシンセティックジェットと剛体壁面との干渉に着目した報告例は非常に少ない^[5]。ところで、円柱壁面近傍における連続噴流は円柱壁面噴流と呼ばれ、古くはフィルム冷却、分級、最近では失速制御、高揚力装置などの基礎的研究と位置付けられ、盛んに行われてきた^{[6]-[7]}。しかしながら、連続噴流生成にはコンプレッサー等が必要であり、装置の複雑化・大型化は避けられず、連続噴流のマイクロ推進体への応用は困難である。

そこで、本研究では小型化・軽量化が期待できるシンセティックジェットを連続噴流の代替として円柱壁面噴流に適用する。また、流動制御を目的とした表面処理の第一段階としてトリッピングワイヤの効果について検討する。推進体の揚力は円柱表面における剥離位置と密接に関わることから、ここでは主として円柱表面圧力分布に及ぼすトリッピングワイヤ設置位置の影響、剥離点とトリッピングワイヤ設置位置との関係並びにシンセティックジェットの乱れ度について解明を試みる。併せてシンセティックジェットと連続噴流の流動特性について比較・検討する。

2. 主な記号

- b_0 : スロット幅 [m]
 C_{Pe} : 圧力係数 (連続噴流)

$$C_{Pe} = \frac{(P_a - P)R}{\frac{1}{2}\rho U_{c0}^2 b_0}$$

 C_{Ps} : 圧力係数 (シンセティックジェット)

$$C_{Ps} = \frac{(P_a - P)R}{\frac{1}{2}\rho U_{s0}^2 b_0}$$

 d : トリッピングワイヤ直径 [mm]
 Re_{Ne} : 特性レイノルズ数 (連続噴流)

$$Re_{Ne} = \sqrt{\frac{1}{2} U_{c0}^2 b_0 R \nu^2}$$

 Re_{Ns} : 特性レイノルズ数 (シンセティックジェット)

$$Re_{Ns} = \sqrt{\frac{1}{2} U_{s0}^2 b_0 R \nu^2}$$

 St : ストローハル数 $St = fb_0/U_{s0}$
 T : 周期 [s]
 U_{c0} : 連続噴流の代表速度 [m/s]
 U_{s0} : シンセティックジェットの代表速度 [m/s]
 u_0 : スロット出口代表流速 [m/s]
 θ : スロットからの角度 [deg]
 θ_{sep} : 剥離点 [deg]
 θ_w : トリッピングワイヤ設置角度 [deg]
 RMS : 速度変動 RMS 値 $\sqrt{\frac{1}{n} \sum_{k=1}^n (u_k - \bar{u}_c)^2}$

3. 実験装置および方法

Fig.1 に本実験で用いた実験装置、Fig.2 に供試円柱の概略を示す。Fig.2 (a)、Fig.2 (b)は供試円柱のスパン中心断面図と鳥瞰図である。Fig.1 に示す通り、円柱両端はアクリル板により保持されており、供試円柱は直径 100mm、スパン $l = 100mm$ であり、スパン方向に一定幅のスロットを備えている。本報告では $b_0 = 5mm$ 一定である。シンセティックジェットは、シグナルジェネレータとアンプによりプレナムタンクに設置されたスピーカの振動数と振幅を制御することで、任意のストローハル数 St と特性レイノルズ数 Re_N を実現した。速度場の計測には I 型熱線流速計を使用した。任意の点における時間平均速度は、サンプリング周波数 10kHz、データ数 50000 件 (サンプリング時間 5 秒) で測定したものをアンサンブル平均することで算出した。なお、本研究において円柱壁面近傍において、 y 方向 (半径方向) 速度 v m/s は x 方向 (周方向) 速度 u m/s に対して小さいとして $v \approx 0$ と仮定し、便宜上 $u = |u|$ とした。したがって、大規模渦や逆流等が発生した場合には速度の絶対値 $|u|$ を u と解釈することができず、時間平均をした場合には誤差が生じる。また、Fig.2 (b)に示す通り、円柱表面上には $\theta = 0^\circ$ から 10° おきにスパイラル状に 27 点の静圧孔 (孔径 0.3mm) を設けられている。円柱表面は研磨加工が施されており、流体学的に十分滑らかである。

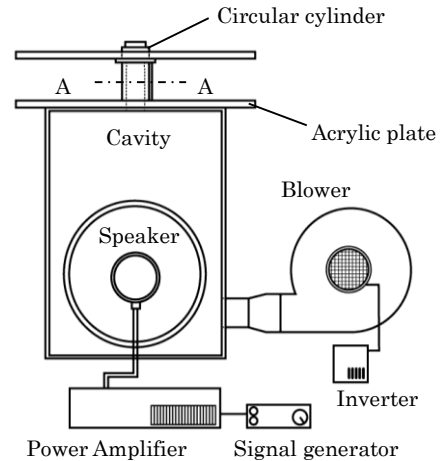


Fig.1 Schematic of experimental

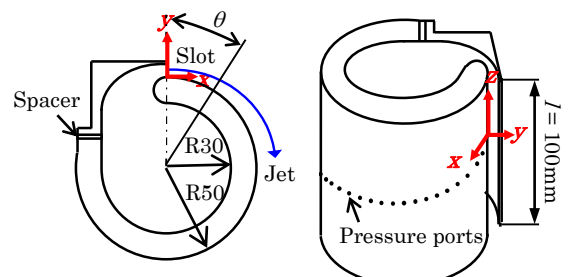


Fig.2 Details of the circular cylinder

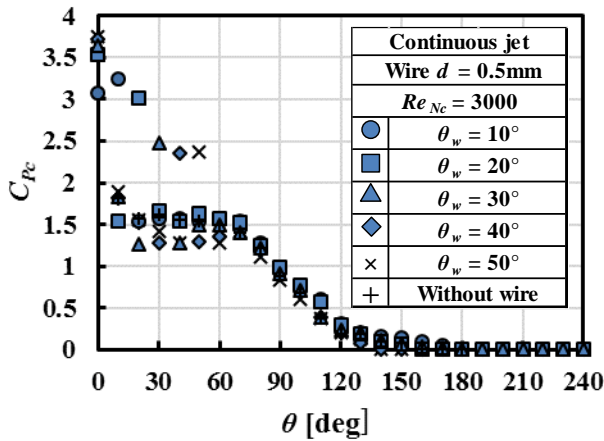


Fig.3 Effect of tripping wire set position on separation points for continuous jets ($Re_{Nc} = 3000$)(Wire diameter $d = 0.5\text{mm}$)

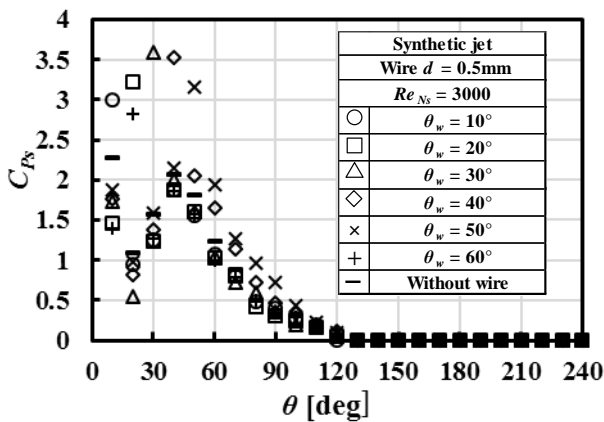


Fig.4 Effect of tripping wire set position on separation points for synthetic jets ($St = 0.037, Re_{Ns} = 3000$, wire diameter $d = 0.5\text{mm}$)

3. 結果および考察

Fig.3 と Fig.4 に直径 $d = 0.5\text{mm}$ のトリッピングワイヤを円柱表面に設置した場合 $Re_{Nc}=Re_{Ns}=3000$ (噴流速度 $U_0=4.1\text{m/s}$) に対する円柱壁面圧力分布図を示す。Fig.3, Fig.4 はそれぞれ連続噴流と $St=0.12$ のシンセティックジェットの結果であり、パラメータはトリッピングワイヤ設置角度 θ_w である。同図には参考のためトリッピングワイヤ無しの場合の結果も併せて示す。なお、静圧孔の直径は 0.3mm であり、トリッピングワイヤは円筒型かつ静圧孔の僅か上流側に設置しているため、ワイヤ設置位置での圧力計測が可能となる。したがって本図ではワイヤ設置位置の圧力計測点も記載しているが、ここで見られる圧力低下はトリッピングワイヤでの剥離により生じるスパン方向渦に起因すると考えられる。

Fig.3 に示す連続噴流のトリッピングワイヤ無しの場合の実験結果は Neuendorf ら^[5]の結果とも対応しており、 $\theta = 60^\circ$ 付近から静圧回復が始まっている。ここで八木田ら^[6]の剥離点決定方法を適用すると、剥離点は $\theta_{sep} = 128^\circ$ と算出される。

トリッピングワイヤがある場合にはトリッピングワイヤ前後を除き、静圧回復過程にワイヤの有無あるいはワイヤ設置角度 θ_w による大きな違いは認められない。ただし、注意深く見ると、 $60^\circ < \theta < 170^\circ$ では $\theta_w = 10^\circ$, 20° の値が他を上回っていることがわかり、剥離点もそれぞれ $\theta_{sep} = 138^\circ$, 134° と概算できる。一方、Fig.4 のシンセティックジェットの結果からは静圧回復過程がトリッピングワイヤ設置角度 θ_w に依存する様子が伺える。トリッピングワイヤ無しの剥離点は $\theta_{sep} = 93^\circ$ であるのに対し、 $\theta_w = 50^\circ$ の時の剥離点は

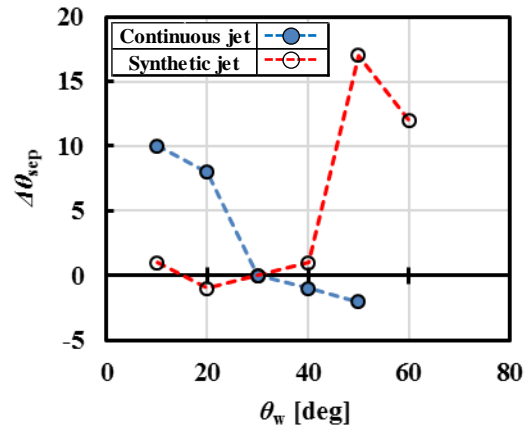


Fig.5 Relation between θ_w and $\Delta\theta_{sep}$ ($St = 0.037, Re_{Ns} = 3000$, wire diameter $d = 0.5\text{mm}$)

$\theta_{sep} = 110^\circ$ と算出される。Fig.5 にトリッピングワイヤ設置角度 θ_w とワイヤ無しの基準剥離点からの後退角度 $\Delta\theta_{sep}$ の関係を示す。青色破線が連続噴流、赤色破線はシンセティックジェットの結果である。本条件範囲において、連続噴流の場合はワイヤ設置角度 $\theta_w = 10^\circ$ で $\Delta\theta_{sep} \approx 10^\circ$ 、シンセティックジェットの場合にはやや下流の $\theta_w = 50^\circ$ で $\Delta\theta_{sep} \approx 17^\circ$ で明確な剥離点後退が確認できる。

5. 結言

本研究では円柱壁面シンセティックジェットでのトリッピングワイヤによる剥離制御の可能性について検討した。

参考文献

- [1] You, D. and Moin, P., Study of flow separation over an airfoil with synthetic jet control using large-eddy simulation, Annual Research Briefs 2007, Center for Turbulence Research, 311-321
- [2] Holman, R. and Utturkar, Y., Formation Criterion for Synthetic Jet, ALAA Journal, Vol.43, pp.2110-2116(2005)
- [3] Nishibe, K., et al., Synthetic jet actuator using bubbles produced by electric discharge, Journal of Fluid Science and Technology, Vol.9, No.3, 2014.9, JFST0033, p1-p12
- [4] Shuster, J.M., et al., An experimental study of the formation and scaling of a round synthetic jet, Physics of Fluids, Vol.19-045109(2007), JFST0033, p1-p21
- [5] Neuendorf, R. and Wygnanski, I., On a Turbulent Wall Jet Flowing over a Circular Cylinder, Journal of Fluid Mechanics, vol381, pp.1-25 (1999)
- [6] 八木田 幹, 鹿野 一郎, 清野 将人, コアング効果を受ける円柱に沿う壁面噴流の剥離の不安定性について, 日本機械学会論文集 (B編) 70巻 691号 (2004)
- [7] 五十嵐 保, 円柱まわりの流れに及ぼすトリッピングワイヤの効果, 日本機械学会論文集 (B編) 52巻 473号 (昭61)

査読付き論文

- (1) 姜 東赫, 横田和彦, 佐藤光太郎, エルボ流路に配置された回転円柱を用いた粘性マイクロポンプの特性, 日本機械学会論文集, Vol. 81 (2015) No. 830 p. 15-00326 [DOI:10.1299/transjsme.15-00326] 2015.9 他3件

学会発表

- (1) Yusuke WATABE, Kotaro SATO, Koichi NISHIBE & Kazuhiko YOKOTA, Influence of an Asymmetric Slot on the Flow Characteristics of Synthetic Jets, INT. CONF. ON JETS, WAKES AND SEPARATED FLOWS, JUNE 16-18, 2015, KTH MECHANICS, STOCKHOLM, SWEDEN 他7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，金属薄膜凝縮面の濡れ性が凝縮形態に及ぼす影響を調べるために，凝縮面の表面性状を MEMS 計測機器による計測を通して，金属薄膜凝縮面の濡れ性を評価した。

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市販の高熱伝導タイプの接着剤で接着されている。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，供給水にはイオン交換水を用いた。

凝縮テスト部は純度 99.96% の銅製である。銅ブロックには 4 本の K 型シース熱電対が挿入されており，測定値と較正実験で得た回帰直線から表面温度および凝縮面での熱流束を 1 次元のフリー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。

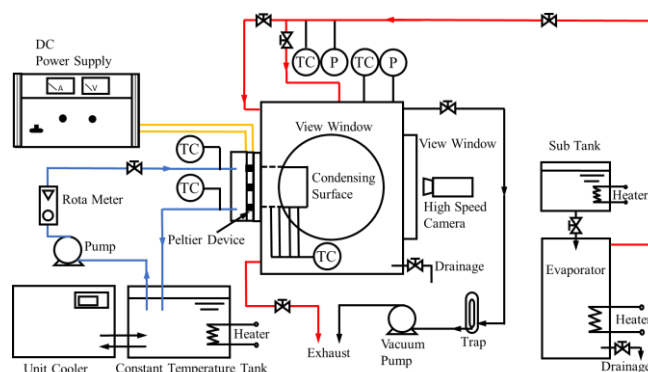


Fig. 1 Experimental apparatus

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した。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，銅ブロック表面を 5000 番の耐水紙やすりおよびアルミナ性研磨剤で磨き，鏡面に仕上げた後，その銅ブロック表面に直接 Cr, Ag, Pb, Cu, Ti のスパッタリング加工を施した。各スパッタリングされた金属薄膜凝縮面の接触角は接触角計により実験前後に測定した。また，金属薄膜面の表面性状，特に濡れ性の評価については，シリコンウェハ上にスパッタリング加工を施した試料の表面粗さ・接触角・表面吸着力を，それぞれレーザー顕微鏡，接触角計，AFM (Atomic Force Microscope) を用いて計測を行った。

4. 実験結果および考察

Fig. 2 に実験開始直後および 24 時間程度実験を続けた後の凝縮面の様子を示す。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に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。実験開始から 24 時間程度経過後，”Cr(Cr スパッタ)”，”Ag(Ag スパッタ)”，”Pb(Pb スパッタ)”凝縮面においては滴状凝縮を示した。一方，”Cu(Cu スパッタ)”，”Ti(Ti スパッタ)”凝縮面においては膜状凝縮を示した。

そこで凝縮面の表面性状が凝縮形態に及ぼす影響を検討す

るため、凝縮形態と凝縮面の接触角の関係を表したグラフを Fig.3 に示す。Fig.3 より、”Cr”, ”Ag”, ”Pb”の凝縮面 (右側) は、”Cu”, ”Pb”の凝縮面 (左側) より高い接触角を得たことがわかる。これは、接触角が大きいと撥水性が高いため、凝縮面表面上の液体が液滴形状になりやすいためと考えられる。一方、接触角が小さいと親水性が高く、凝縮面表面上の液体は液膜を形状しやすいためと考えられる。

さらに、凝縮形態と凝縮面上の濡れ性を定量化するために、AFM (Atomic Force Microscope) による計測を通して、金属薄膜凝縮面の濡れ性の物理化学的な評価を試みた。Fig.4 に、AFM による「シリコンウェハ上に Ag 原子をスパッタした面でのフォースカープ」の測定結果を示す。Fig.4 の縦軸はカンチレバー (プローブ先端寸法: 約 5μm) の (垂直方向の) 変形量、同横軸は計測試料の水平方向位置を示す。

Fig.5 には、Fig.4 の計測結果 (Fig.4 中白丸内) より、「フックの法則: $F=k \cdot x$ (k はカンチレバーのバネ定数: 0.35 N/m)」より算出した表面付着力の計測値を示す。Fig.5 に示すように、滴状凝縮を示した Ag スパッタおよび Pb スパッタ各凝縮面においては付着力が小さいことがわかる。一方、膜状凝縮を示した Cu 裸面および Ti スパッタ凝縮面においては付着力が大きいことがわかる。Fig.6 に示す古典的かつ基本的な表面 (界面) 張力の関係式である Young の式 ($\gamma_{sv} = \gamma_{lv} \cos \theta + \gamma_{sl}$)⁽⁴⁾ によると、Fig.5 に示す表面付着力は γ_{sv} : 固体と気相間の界面張力である。よって、Fig.6 に示すように、表面付着力が小さい程撥水性、表面付着力が大きい程親水性となったと考えられる。今後の γ_{sl} : 固体と液体間の界面張力の計測による総合的評価が必要になるが、現段階ではマクロ計測値である接触角をマイクロ計測値である表面付着力と関連づけることが可能であることを示したと言える。紙面の都合上割愛するが、凝縮形態と表面粗さの関係性を得ることはできなかったことを加筆する。この粗さの非関係性は、計測された接触角および表面付着力の計測値に、既に表面粗さの効果 (影響) が反映されていた (例えば、Wenzel の式⁽⁴⁾) ものと考えられる。

5. 結論

銅表面上に”Cr”, ”Ag”, ”Pb”, ”Cu”, ”Ti”のスパッタリング加工を施した表面を使用し凝縮実験を行い、さらにシリコンウェハ上に同金属のスパッタリングを施した表面の表面性状を測定し、金属薄膜表面の濡れ性が凝縮形態に及ぼす影響を検討した。以下に結論を述べる。

- (1) 接触角が高い金属表面は滴状凝縮、低い表面は膜状凝縮を示す。
- (2) AFM 計測を通し、表面吸着力が高い金属表面は膜状凝縮、また低い表面は滴状凝縮を示すことを明らかにし、マクロ計測値である接触角をマイクロ計測値である表面付着力と関連づけることが可能であることを示した。

参考文献

- (1) 棚澤一郎, 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) 機械学会, 伝熱工学資料改訂第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) 中島章, 固体表面の濡れ制御, 内田老鶴園, pp.70-75, (2007).

査読付国際学会

Yuki Mikoshiba · Hiroyasu Ohtake · Koji Hasegawa, Tomohiro Yabe, ”EFFECT OF MICROFABRICATED SURFACE BY MEMS TECHNOLOGY ON CONDENSATION HEAT TRANSFER”, The 23rd Int'l Conf. Nuclear Eng., ICONE23-1707, (2015-5). 【Best Presentation 受賞】 【他 4 編】
学会発表

御子柴・大竹・長谷川, 凝縮熱伝達に及ぼす MEMS 加工面の影響 (MEMS 計測技術を利用した濡れ性の検討), 日本機械学会熱工学コンファレンス 2015, (2015-10). 【他 9 編】

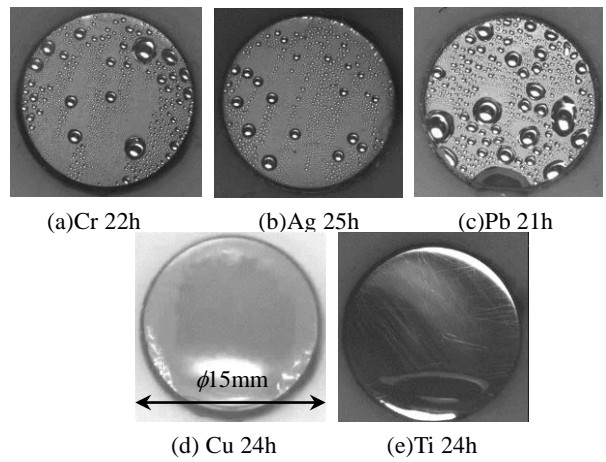


Fig. 2 Condensation patterns on metal surfaces

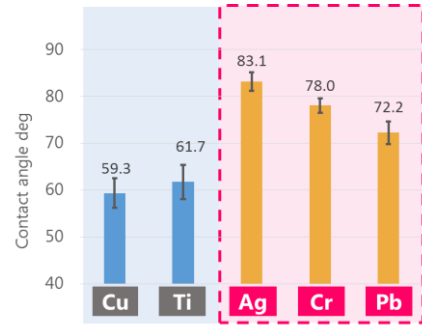


Fig. 3 Contact angle of metal surfaces

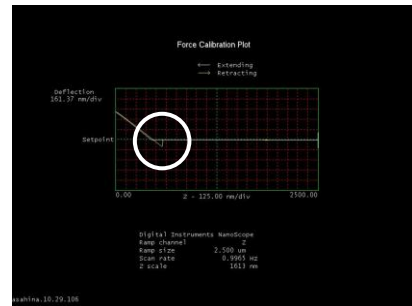


Fig. 4 Force curve on Ag by using AMF

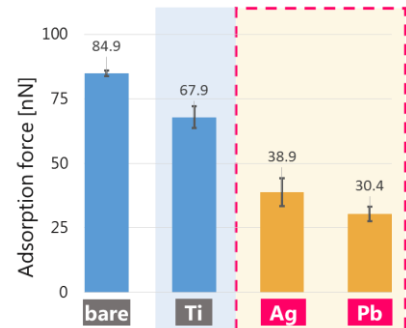


Fig. 5 Adsorption force of metal surfaces

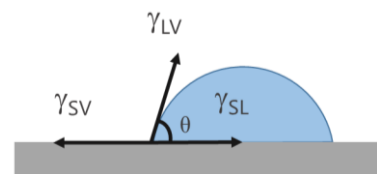


Fig. 6 Young's Equation

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, Surface tension

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倣した微細構造を製作し、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、医療、ヘルスケア等に応用することを目指す。

平成27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、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。また、羽ばたき飛翔ロボットに関して、翅の翅脈形状や表面の微細構造が飛翔性能に及ぼす影響を調べ、その結果に基づいて自立的に垂直上昇、水平飛翔を行うロボットを製作した。

2. 水面における支持力、引き離し力

図1は、水面上のアメンボの脚を円柱としてモデル化し、水面に押し付けたときと引き上げたときの、円形断面に働く力を示している。水面に押し付けたときに受ける上向きの支持力 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を積分したものであり、脚の上部の空間(図の 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 の鉛直成分であり、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。よって単位長さの円柱に働く全支持力は、「物体によって排除された水の重量 $\rho g (S_1 + 2S_2)$ 」に等しい(アルキメデスの原理)。一方、円柱を水から引き上げたときに働く引き離し力は、水面から持ち上げられた水の重量に等しい。アメンボのように脚が撥水性(接触角 $\theta > 90^\circ$) の場合には、支持力の表面張力成分は最大値 2γ で一定となり、浮力成分のは、脚の直径が細くなれば表面張力に比べて小さくなる。一方引き離し力は、接触角が増加し撥水性が高くなるほど減少する。脚が親水性($\theta < 90^\circ$) の場合には、引き離し力の表面張力成分が最大値 2γ で一定となり、支持力は接触角が減少とともに減少する。図2は、直径1mmと0.1mmの単位長さの円柱に働く支持力、引き離し力と接触角の関係を計算により求めたものである。支持力を正、引き離し力を負として表示している。 $2\gamma = 146 \text{ mN/m}$ であることから、直径

が0.1mmの場合には、浮力成分は表面張力成分に比べて無視できるほど小さいことがわかる。

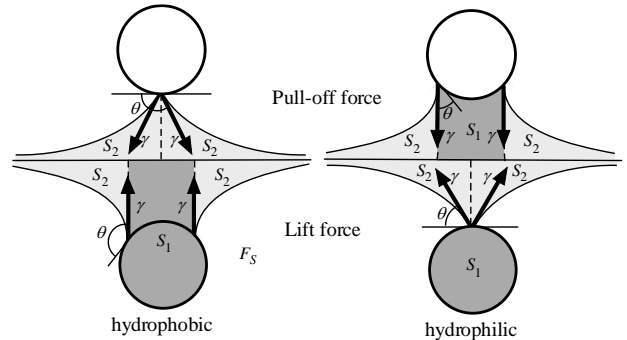


Fig.1 2D model of lift and pull-off forces

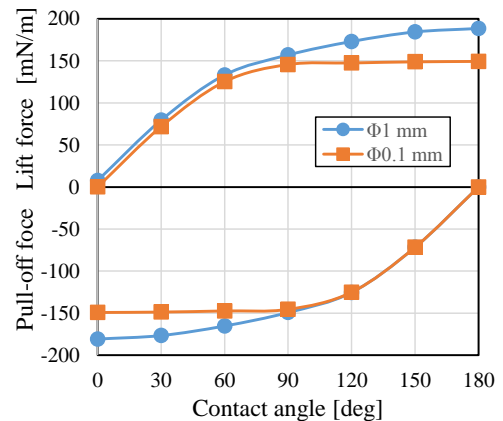


Fig.2 Lift and pull-off forces vs. contact angle

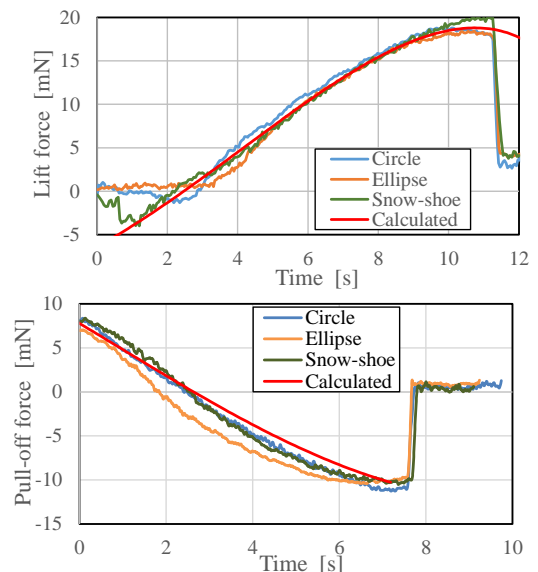


Fig.3 Experimental results (Length:100mm)

上記の理論を検証するため、長さ 100mm、直径 1mm の黄銅製ワイヤにフッ素系撥水剤（厚さ約 0.1mm）を塗布したものを用いて、種々の形状のロボットの脚を製作し、水面上での支持力、引き離し力を測定し理論値との比較を行った。実験では、各脚を平行板ばねの先端に固定し、水面上から約 0.5mm/s の速度で水に押し付けていく際の支持力と、水没した状態から約 0.5 mm/s で引き上げていく際の引き離し力を板ばねの変位から計測した。理論値は、長さ 100mm、直径 1.2mm、接触角 135° の条件で計算を行った。結果を図 3 に示す。支持力、引き離し力ともに、長さが一定であれば形状にはよらずほぼ等しく、理論値ともよく一致した。ただし Snowshoe 形（平行な 2 直線と 2 つの半円弧によるループ形状）では、2 直線の間隔が 4mm 以下になると、水面の窪みの干渉と曲率半径の小さい円弧等の影響により支持力が低下し、沈みやすくなることが確認された。

3. 水面における流体抵抗

アメンボは、前脚と後脚の 4 本を用いて水面上で体重を支え、中脚で水面上をかいて推進力を得ている。支持脚では水面での流体抵抗を小さくする方が望ましく、駆動脚では流体抵抗の反作用として推進力を得ているため、流体抵抗は大きい方が望ましい。そこで種々の形状の撥水脚を製作し、水面上での流体抵抗の測定を行った。昨年度に報告したように、水面上で直線状の脚を水平に動かすと、水面は図 4 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、水面から受ける抗力は、ほぼ圧力抵抗の式 $F_D = (C_D/2)\rho AU^2$ に従うことがわかっている。そこで、脚の横幅 l を 50mm に統一して、直線、平行 2 直線（間隔 5mm）、円形、楕円形、Snowshoe 形（間隔 7mm）の撥水脚を製作し、水面上で一定の速度で水平に動かし、流体抵抗を測定した。直線と平行 2 直線の脚では、先端部を上部に折り曲げ水没にくくした。速度 200mm/s と 400mm/s で移動させたときの結果を図 5 に示す。

いずれの形状においても、深さの増加とともに抗力が増加し、水没後は水没前よりも抗力は減少した。速度が増加すると抗力は増加するが、水没する深さは浅くなった。投影面積一定の条件では形状による抗力の差はそれほど大きくない

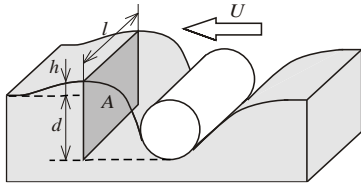


Fig.4 Fluid resistance on the surface of water

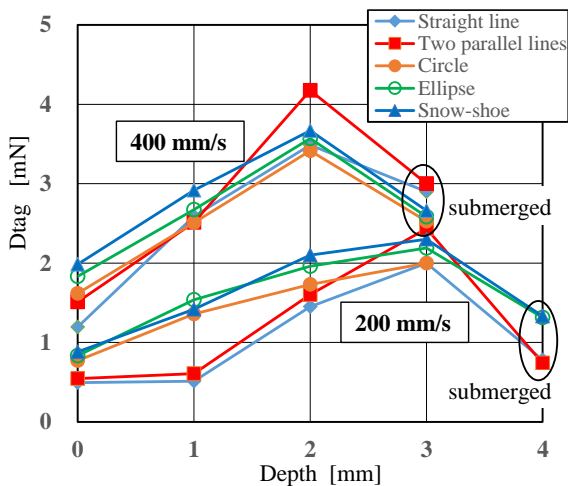


Fig.5 Fluid resistance of various hydrophobic legs

が、円や楕円に比べて、平行 2 直線、Snowshoe 形など、移動方向に垂直な直線部分が高いほど抗力が大きい傾向が見られた。また、一本の直線よりも二本の直線の方が抗力が大きくなった。

5. 水面移動ロボット

前節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。製作したロボットの写真と駆動機構を図 5 に示す。支持脚は、直線部長さ 88mm、間隔 5.5mm の Snowshoe 形の脚を進行方向に平行に 4 つ配置して、全長 800mm、支持力を 144mN とした、ロボットの重量は 8.8 gf (86mN)、全長は 230mm である。中脚には長さ 50mm、間隔 5mm の平行 2 直線の脚を進行方向に垂直に取り付け、図 5 に示すチェビシェフリンク機構により駆動した。チェビシェフリンク機構は、リンクの先端が D を横にした軌道を描き、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、脚を水没させずに曲線部の軌道で高速に水をかき、水面より上を直線に沿って低速で戻すようにした。ロボットは DC モーターとリチウムポリマー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、駆動脚が周期 0.34 秒で水面をかき、平均速度 31.3 mm/s で移動した。従来のロボットに比べて支持脚の流体抵抗は減少し、駆動脚の推進力は増加しているため、減速比などを調整することで移動速度をさらに高速化できると考えられる。

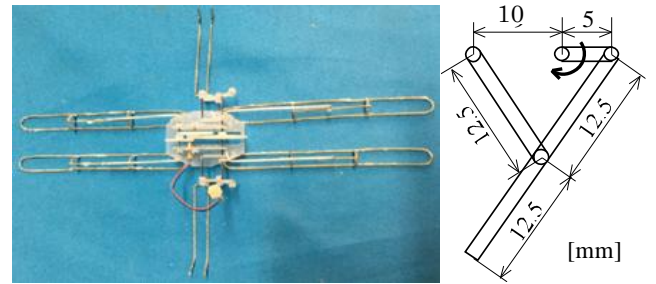


Fig.6 Water strider robot and its driving mechanism

6. トンボを規範とした羽ばたき飛翔ロボット

微小な生物である昆虫は、羽ばたきを利用して空中を自由に飛翔し、ホバリングや急旋回など大型の鳥とは異なる高度な飛翔を実現している。サイズが小さくなれば、揚力が十分に得られなくなるため、固定翼に比べて羽ばたきによる飛翔が有利になると考えられる。本研究では、昆虫の中でも 4 枚の翅を複雑に動かして高度な飛翔を実現しているトンボの羽ばたき飛翔に着目した。トンボは、翅の羽ばたき（フラッピング）、ねじり（フェザリング）、前後動作（リードラグ）をそれぞれの筋肉によって独立に制御し、さらに状況に応じて羽ばたき平面角度や前後の翅の位相差を変化させることによって多彩な飛翔を実現している。今年度は、トンボの飛翔を規範として、羽ばたき平面角度の調整機構を搭載し、体軸角度を変えずに推進力の方向を変更できる機構を製作し、離陸、水平飛行、垂直上昇を自立的に行うロボットの開発を行った。また、翅の翅脈構造が、羽ばたき時の翅の変形および発生する推進力に及ぼす影響を調べた。さらに、トンボの翅の表面に見られる微小な突起を加工した翅を製作し、微小構造が流体力に及ぼす影響を調べた。

7. はばたき平面角度調整機構

図 7 に体軸角に対するはばたき平面の角度を変更可能な機構を示す。DC モーターによりクランクを回転させ、その円運動をスライダの往復運動とそれに直交する方向の翅の揺動運動に変換する機構を用いている。

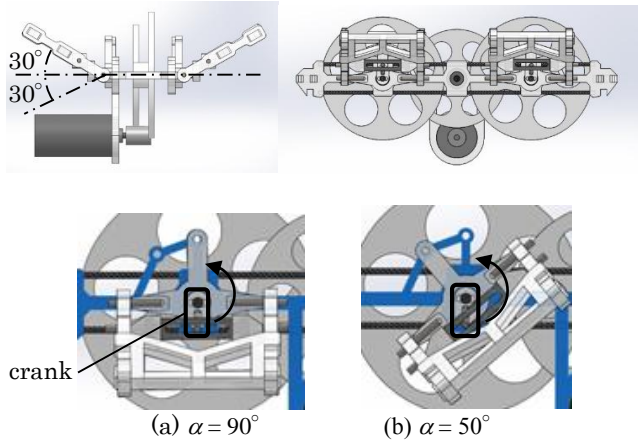


Fig.7 Stroke plane angle (α) adjusting mechanism

翅のはばたき角は水平から $\pm 30^\circ$ になっており、羽ばたき平面角度は体軸に対して $0^\circ, 50^\circ, 90^\circ$ の角度で固定できるようになっている。

8. 翅脈の形状の検討

トンボの翅の付け根部分には三角室と呼ばれる剛性の高い部分があり、はばたき時に翅の付け根の変形を抑えることで、変形を飛行に適したものにしていると考えられる。このような翅脈構造が飛行性能に及ぼす影響を調べるため、図8に示すように放射状に翅脈をもつ翅Aと三角室を再現した翅Bを製作した。翅は厚さ $8\mu\text{m}$ のポリエチレンフィルムを用い、翅脈は直径 0.5mm のカーボンロッドとスチレン樹脂を用いた。製作した翅を図7の羽ばたき機構に取り付け、はばたき周波数を $0\sim 23\text{Hz}$ まで変化させて発生する流体力を測定した。流体力は、羽ばたき機構を3分力計に固定し、羽ばたき平面に平行な力と垂直な力を測定して合力を求めたが、発生する力の向きは羽ばたき平面にほぼ垂直で前方に向かう力であったため、これを推進力(thrust)と呼ぶことにする。推進力の測定結果を図9に示す。

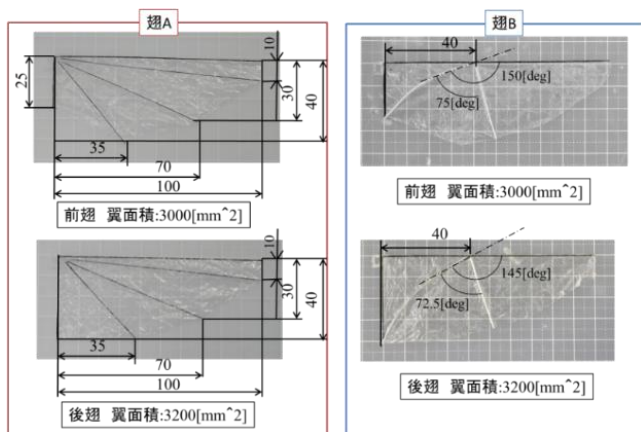


Fig.8 Configuration of wing vein

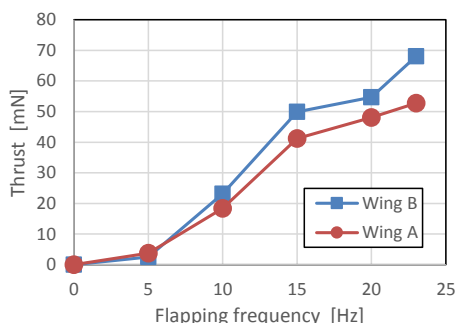


Fig.9 Variation of the thrust with flapping frequency

3.7V の電池により駆動可能なはばたき周波数 23Hz のとき、放射状の翅脈の翅Aの推進力は 53mN 、三角室を再現した翅Bは推進力 68mN であり、推進力は 28% 向上した。また、羽ばたき動作を高速度カメラで観察した結果、翅Bの方が翅Aに比べて翅先端部の変形が大きいことが確認された。

9. 飛行実験

図7の羽ばたき平面角度調整機構と図8の三角室を再現した翅Bを組み合わせて、自立的に離陸し垂直上昇を行うロボットと、水平飛行を行うロボットを製作した。垂直上昇用のロボットは羽ばたき平面角度を 0° に設定し、ローリングとピッチングを抑えるため、機体の上部と下部に補助翼を取り付けた。また、水平飛行用のロボットは羽ばたき平面角度を 90° に設定し、ヨーイングとピッチングを抑えるため、機体後部に垂直尾翼と水平尾翼を取り付けた。2種類のロボットの写真を図10に示す。ロボットには、 3.7V のリチウムポリマー電池と無線で操作可能なスイッチを搭載した。ロボットの質量は垂直上昇用が 7.3g 、水平飛行用が 7.1g となった。満充電時の電池の電圧は約 4.1V (羽ばたき周波数約 25Hz)となるため、図9の結果より推進力によって自重を支持可能であることが予測される。また、翼面荷重は 5.8N/mm^2 となり、大型トンボの値 4.0N/mm^2 の 1.45 倍となった。

実際に飛行実験を行った結果、垂直上昇では、地面に静止した状態から 2.6 秒間で 1.75m の高さまで上昇し、 32 秒間滞空した。また、水平飛行では、地面に静止した状態から斜めに飛び立ち、 1 秒間に 4m の距離をほぼ水平に飛行した。羽ばたき平面角度を調整可能な機体により、水平飛行、垂直上昇の両立が可能であることが実証された。

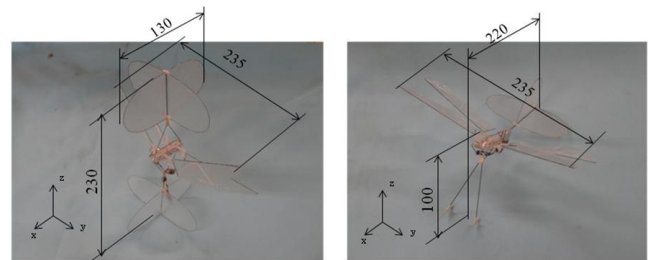


Fig.10 Flapping-wing robots for vertical lift and level flight

10. 翅の表面の微細構造の影響

トンボの翅の表面には、微細なとげのような構造が存在することが知られており、飛行性能に影響を与えていることが考えられる⁽²⁾。図11は、ミヤマアカネ(*Sympetrum pedemontanum*)の翅の表面のSEM写真である。翅脈の上に根元の直径が約 $30\mu\text{m}$ 、高さ約 $50\mu\text{m}$ の棘状の構造が、前翅は約 $300\mu\text{m}$ 、後翅は約 $200\mu\text{m}$ の間隔で並んでいることが観察された。このような微細構造が飛行性能に与える影響を調べるため、MEMS技術を利用して表面に微細な突起を持つ翅を製作した。厚さ $50\mu\text{m}$ のポリイミドフィルム上に、厚さ $50\mu\text{m}$ と $100\mu\text{m}$ のフォトレジスト(SU8)を塗布し、間隔 $250\mu\text{m}$ の格子点状に並べた直径 $30\mu\text{m}$ の円形パターンを露光、現像して、円柱状の構造を製作した。図12に製作した翅と微細構造の顕微鏡写真、図13にレーザー顕微鏡による表面形状の測定結果を示す。翅の大きさは長さ 140mm 、翼弦長 40mm であり、 $94\text{mm}\times 40\text{mm}$ の範囲に微細構造が製作されている。翅のフレームは直径 1mm のCFRPを用いた。実際の円柱構造の測定値は、直径が約 $50\mu\text{m}$ 、高さが約 $60\mu\text{m}$ と $105\mu\text{m}$ であった。

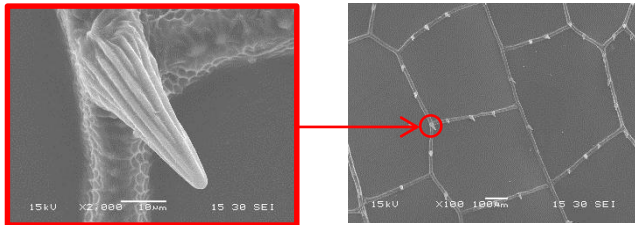


Fig.11 SEM image of spines on a dragonfly wing.

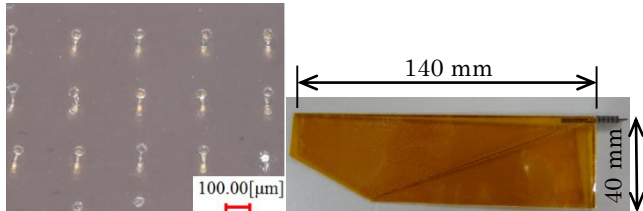


Fig. 12 A polyimide wing with micro pillars

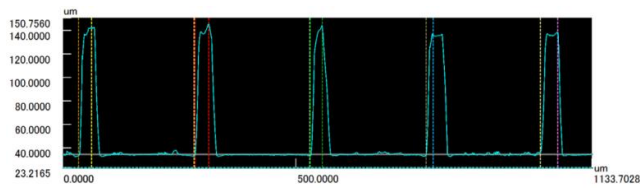


Fig. 13 Surface profile of the micro pillars.

微細構造を加工した翅（高さ 50 μm と 100 μm ）と加工していない翅をそれぞれはばたき機構に取り付け、はばたきにより発生する推進力を三分力計で測定した。本実験で用いたはばたき機構は、図 14 に示すように、DC モータの回転を、てこ・クランク機構により翅の揺動運動に変換するものである。図 15 に推進力の測定結果を示す。

微細構造を加工した翅は、加工していない翅に比べて推進力が最大で 1.7 倍ほど大きくなった。また、トンボの棘に近い高さ 50 μm の翅は、高さ 100 μm のものに比べて推進力が大きくなった。微細構造によって推進力が増加するメカニズムについては本実験では解明できなかったが、微細構造によって翼のまわりの渦の生成が促進されるとする報告があり⁽²⁾、推進力の増加に関係していると考えられる。また、製作した翅は強度が不十分だったため、発生する推進力が小さく、自立飛行を行うことはできなかった。

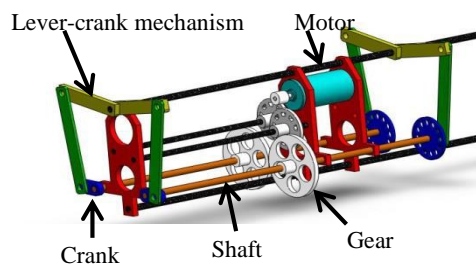


Fig.14 Flapping mechanism

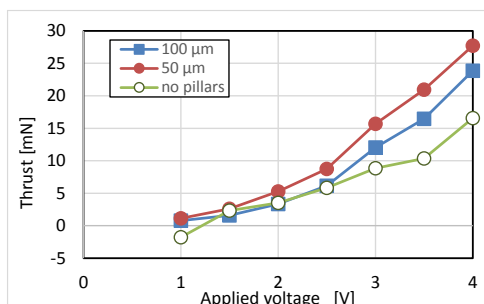


Fig.15 Thrust force generated by microstructured wings

1.1. 結言

平成 17 年度は、アメンボを規範とした水面移動ロボットとトンボを規範としたはばたき飛行ロボットの開発を行った。

水面移動ロボットに関して、撥水性の脚の支持力、引き離し力、流体抵抗の発生原理を理論と実験により明らかにし、その結果に基づいて駆動脚、支持脚の形状の最適化し、水面移動ロボットの設計、製作を行った。流体抵抗は、投影面積一定のもとでは、移動方向に垂直な直線部分を多くすることで増加する傾向があることがわかった。製作したロボットは 31.3mm/s の速度で水面を自立的に移動した。

羽ばたき飛行ロボットに関して、羽ばたき平面角度を調整可能な機体と、トンボの三角室と呼ばれる翅脈構造を再現した翅を用いることにより、垂直上昇と水平飛行が可能なロボットを製作した。翅脈構造の違いにより羽ばたき時の翅の変形状態が変わり、推進力が増加することが確認された。また、翅の表面にトンボの翅と同様な微細構造を加工することにより、推進力が増加することが確認された。

<参考文献>

- (1) Song Y. S. and Sitti M., IEEE Transactions on Robotics, 23 (3), 2007, pp.578-589
- (2) Hashimoto H., et al., ASME-ISPS/JSME-IIP Joint International Conference on Micromechatronics for Information and Precision Equipment (MIPE), 2012, pp.300~302

学会発表

- (1) 高橋, 小林, 鈴木, 高信, 三浦, アリを規範とした壁面移動ロボットの研究, 日本機械学会精密機器部門講演会 (IIP2016), 2016, H-P-2.
- (2) 一瀬, 岩部, 鈴木, 高信, 三浦, アメンボを規範とした水面移動ロボットの開発, 第 7 回マイクロ・ナノ工学シンポジウム, 2015, PN-022,.
- (3) 鈴木, 鈴木, 高信, 三浦, トンボを規範とした飛行ロボットの研究—パッシブなフェザリング機構の搭載—, 日本機械学会ロボティクス・メカトロニクス講演会 (robomech2015), 1P1- R01, 2015.
- (4) 栗原, 鈴木, 高信, 三浦, 昆虫を規範とした小型歩行・跳躍ロボットの研究, robomech2015, 2015, 1P1-Q10.