

3次元に配向した短繊維で強化したマイクロ構造物の光造形

千葉大学 大学院 工学研究科 人工システム科学専攻 機械系コース

教授 中本剛

(平成 21 年度一般研究開発助成 AF-2009207)

キーワード：マイクロ構造物，光造形，短繊維

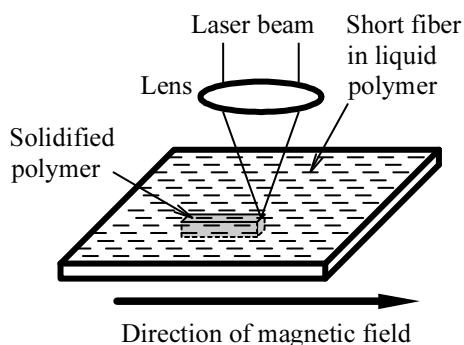
1. 緒言

現在，マイクロサイズの構造物を製作するために，数多くの方法が開発されており，光造形法による報告も多い。しかし，光造形法のみならず，その他の方法においても，構造物の素材は単一材料である。光造形法でマイクロサイズの造形物を製作するために，樹脂中に粒子を混合して造形する方法は報告されている。樹脂中に短繊維を混合する造形は，マクロサイズの構造物では報告されているが，マイクロサイズでは報告されていない。さらに，配向した短繊維で強化した部品の造形は，マクロサイズにおいてもマイクロサイズにおいても報告されていない。本研究では磁界や電界を利用して，所望の方向に配向した短繊維で強化したマイクロ部品を，光造形法を応用して製作することを目的としている。

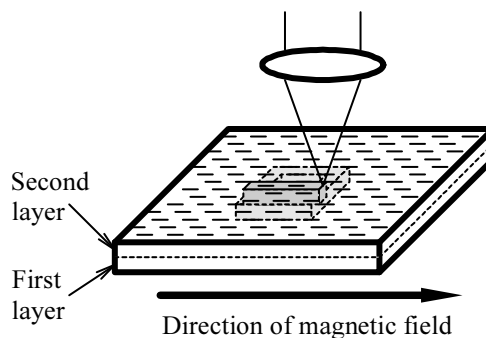
2. 磁界を利用した製作方法⁽¹⁾

2・1 製作方法の概略

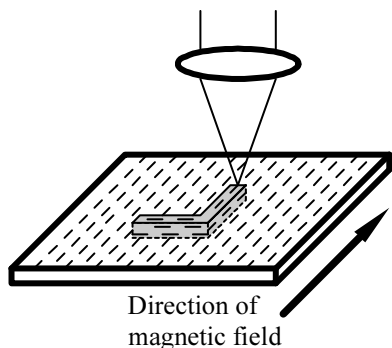
図 1 に製作方法の概略を示す。液体の紫外線硬化樹脂と短繊維を混合する。短繊維は磁界に応答するように，その素材は強磁性体とする。この短繊維と樹脂の混合物を基板に薄く塗布する。この薄膜化した混合物に対して例えば図 1(a)のように，左右方向に磁界を印加することによって短繊維の長手軸方向を左右の磁界方向にそろえる。この状態で紫外線レーザービームを所望の経路に沿って樹脂上で描画することによって樹脂を硬化させる。次に図 1(b)のように，樹脂を紙面の奥行き方向に磁界を印加することにより，この方向に短繊維をそろえる。この状態で同様にレーザービーム描画によって，樹脂を硬化させる。このように，磁界による短繊維の配向と樹脂



(a) 短繊維の配向と樹脂の硬化



(c) 2層目の樹脂の硬化



(b) 異なる方向への配向と樹脂の硬化



(d) 配向した短繊維で強化して積層したマイクロ構造物

図 1 磁界を利用して配向した短繊維で強化して積層したマイクロ部品の製作方法の概略

の硬化を必要回数だけ行って、1層目の樹脂を設計した形状に硬化させる。引き続き、図1(a), (b)で硬化させた1層目の混合物の上に樹脂と短繊維の混合物を薄く積層させる。この混合物に対して図1(c)のようにレーザービーム描画によって所望の形状に樹脂を硬化させる。このように、必要な層の数だけ積層した後、未硬化の樹脂を取り除くと、図1(d)のように、短繊維の長手軸方向が所望の方向にそろったマイクロ部品を得ることができる。図1は水平面内で短繊維を配向した例を示したが、底面から磁界を印加することにより、樹脂の厚さ方向にも短繊維を配向することができる。

一般に繊維強化した構造物を製作する場合には、繊維強化材料を用意し、その材料を加工して製品を得る。これに対して本研究の方法では、配向した短繊維で強化した材料の創製と構造物の製作を同時に行うことになり、製作方法の点からも特長がある。

2・2 実験装置

本研究で使用する短繊維と液体樹脂の物性値をそれぞれ表1と表2に示す。短繊維はチタン工業(株)製の強磁性体 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ であり、紫外線硬化樹脂はJSR(株)製SCR751を使用した。造形後、未硬化の樹脂は(株)オリンパス工業製EE-4210で除去した。

図2に装置全体の概略を示す。樹脂を硬化させる光源として、波長 $0.325\mu\text{m}$ のHe-Cdレーザーを使用した。ビーム強度をフィルターで調整した後、焦点距離 50mm のレンズで集束して造形部分に照射した。造形部分はX-Yテーブル上に設置しており、テーブルを駆動することによってビーム描画を行った。ビーム直径は、計算上は $15\mu\text{m}$ である。樹脂の硬化幅はこの値より、大きくなる。

この造形部分を上から見た写真を図3に示す。図3の中央部分に示した底面の電磁石の端面上に液体樹脂と磁性酸化鉄短繊維の混合物を塗布した基板を置く。装置は5個の電磁石から構成されており、基板には、底面の電磁石と水平面内の4つの電磁石の合計5方向から磁界を印加することができる。それぞれの電磁石の磁界の正負

表1 磁性酸化鉄短繊維の物性値

Material	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$
Diameter (μm)	0.04
Length (μm)	0.32
Density (g/cm^3)	4.8

表2 紫外線硬化樹脂の物性値

Gel point (mJ/mm^2)	0.20
Viscosity (Pa s)	0.36
Density (g/cm^3)	1.2

方向と強度は独立に調整することができる。印加できる磁束密度の値は 15mT 程度である。

2・3 実験結果

液体樹脂を基板に塗布し、この基板を回転させた。すなわち、スピコートと同様な方法によって薄膜化した。図4(a)はスピコートする時間と樹脂の厚さの測定結果である。図より、 1000rpm 以上では、1分ほどで樹脂の厚さはほぼ一定となることがわかる。スピコート時間1分における回転数と厚さの関係を図4(b)に示す。図4(b)に示すように、 4000rpm で1分間スピコートを行うと、樹脂の厚さは $2\mu\text{m}$ となる。

本研究では、短繊維と液体樹脂の混合物を薄膜化して積層しなければならない。液体の紫外線硬化樹脂に短繊維を体積含有率で0.5%混合し、この混合物をガラス基板上に塗布した。0.5%程度の含有率では、図4の樹脂のみの場合と同じ厚さが得られた。図5に短繊維と液体樹脂の混合物の光学顕微鏡写真を示す。図5(a)がスピコート前であり、図5(b)はスピコート後の厚さ $2\mu\text{m}$ の混合物である。短繊維は $10\mu\text{m}$ 程度の大きさに凝集している。スピコート後は、短繊維と樹脂の混合物が薄くなるため、写真の視野が明るい。

本実験装置で印加できる磁束密度の値は前節で述べたように、 15mT 程度である。短繊維と液体樹脂の混合物にこの程度の磁束密度を印加しても、短繊維を配向させることはできない。そこで、短繊維と樹脂を塗布したガラス基板の底面から 150mT の磁束密度をもつ永久磁石によって混合物中の短繊維をあらかじめ磁化し、その後、

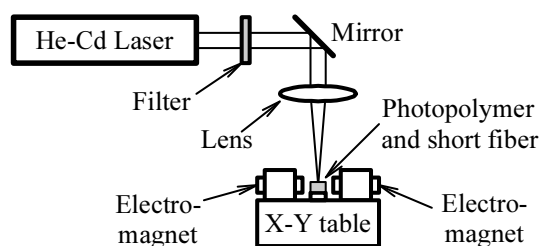


図2 実験装置の概略図

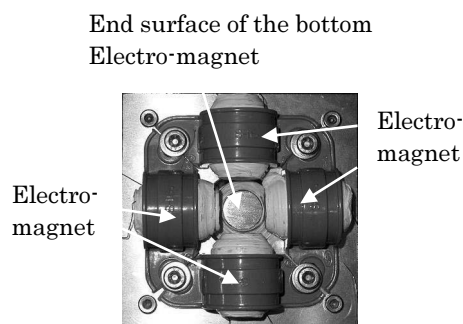
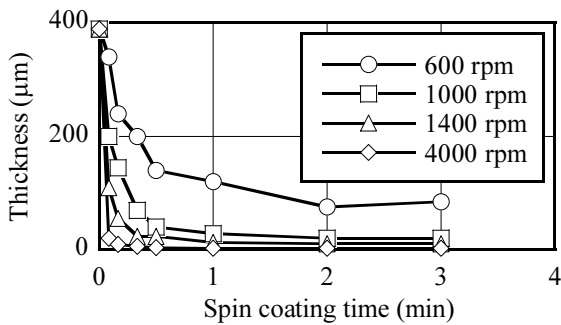


図3 磁界印加装置の写真

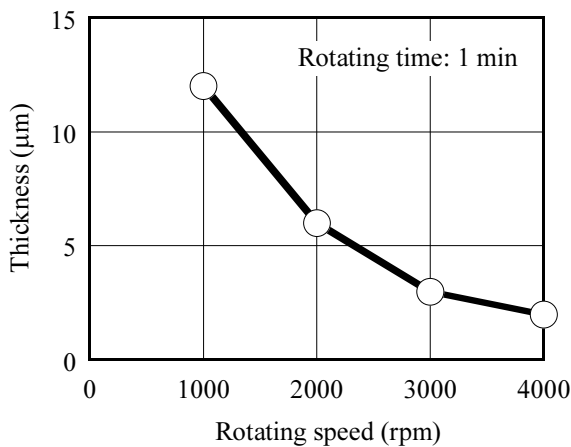
図3の装置によって配向した。この光学顕微鏡写真を図6に示す。図6(a)が配向前で、図6(b)は配向後である。配向に要する時間は数秒程度である。短繊維の凝集物の端部では磁界の方向と異なる短繊維も観察されるが、凝集物全体としては、配向している。

短繊維を混合しない樹脂の薄膜を硬化し、この断面形状を触針式粗さ計で測定した結果を図7に示す。これは、先ほど示した図4の結果であり、 $2\mu\text{m}$ の厚さが得られている。図7(b)の端部が厚くなっているのは、樹脂の正方形の輪郭から先に描画して硬化させたためである。この工程を繰り返して、積層した形状の断面形状を図8に示す。図8(b)から、 $2\mu\text{m}$ 程度で積層できていることがわかる。しかし、積層を重ねるごとに、層の厚さは $2\mu\text{m}$ からずれてくる。

短繊維を混合した樹脂を積層して上から見た写真を図9(a)に示す。この構造物では、短繊維は配向していない。この構造物の断面形状を図9(b)に示す。 0.5% 程度の短繊維の含有率では、樹脂のみの図8と同じような厚さが得られている。



(a) スピコート時間と樹脂厚さ



(b) スピコート回転数と樹脂厚さ

図4 スピコート時間および回転数と樹脂厚さ

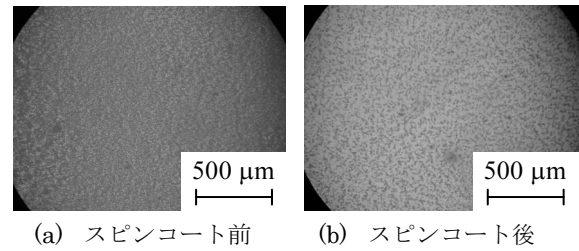


図5 スピコート前後の液体樹脂中の短繊維

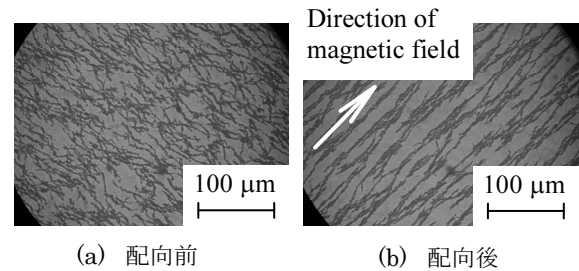


図6 配向前後の液体樹脂中の短繊維

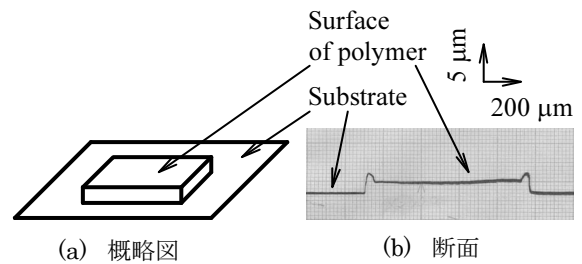


図7 基板上で硬化させた1層の樹脂

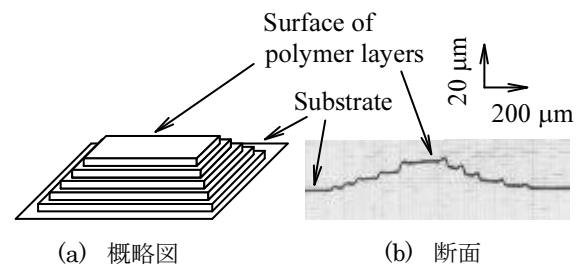


図8 基板上で硬化させた積層した樹脂

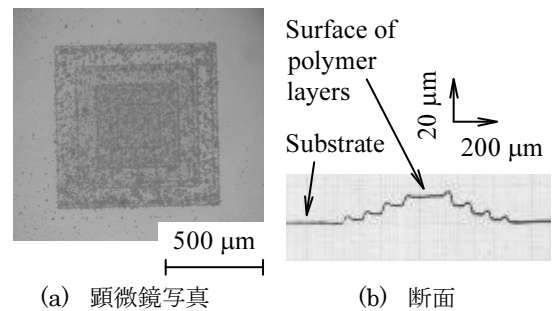


図9 基板上で硬化させた短繊維を混合して積層した樹脂

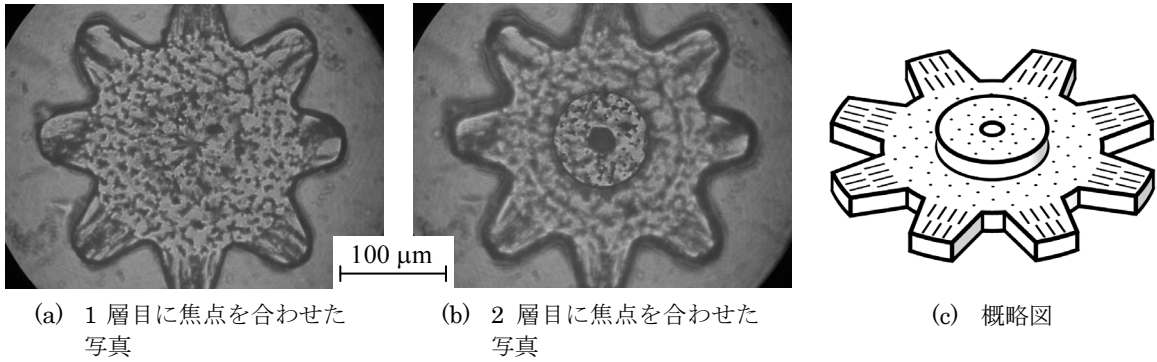


図10 配向した短繊維で強化したマイクロ段付き歯車

2・4 製作例

前節までで述べた検討結果を用いて、短繊維を配向したマイクロ歯車を造形した。その光学顕微鏡写真を図10(a), (b)に示す。この歯車は(c)に示すように、歯の部分は半径方向に短繊維を配向し、内側および段付き部分は厚さ方向に配向している。(a)は1層目の歯の部分に、(b)は2層目の段付き部分にピントを合わせた写真である。樹脂1層の厚さは12μmである。

ところで本論文の造形物では、短繊維の体積含有率は0.5%である。今後、短繊維の含有率を増やして造形したいと考えている。

3. 電界を利用した製作方法⁽²⁾

3・1 製作方法の概略

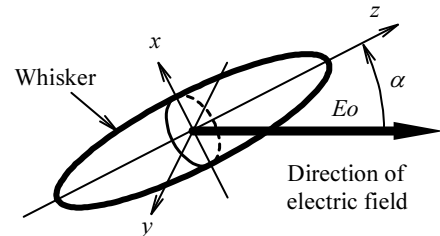
電界を利用して配向するときには、液体樹脂と短繊維の混合物に電界を印加すればよい。すなわち、図1の磁界の代わりに電界を印加することになる。短繊維は、導体でも誘電体でも配向は可能である。しかし、導体のほうが配向しやすい。本研究では、短繊維として、TiC ウィスカーを使用した。その寸法と密度を表3に示す。TiC ウィスカーの平均直径は1μm、平均長さは50μm程度であり、導体である。

3・2 配向に必要な電界強度の基礎式

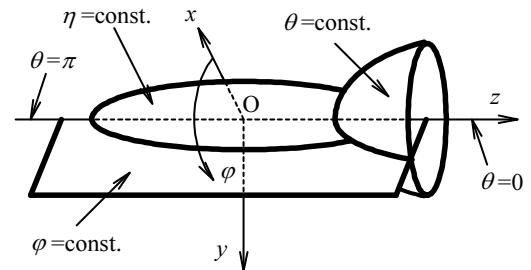
計算のモデルを図11に示す。図11(a)のように、ウィスカーを細長回転楕円体で近似する。細長回転楕円体の中心を原点とし、その長手軸をz軸とする。z軸に垂直な原点を含む円形断面内の垂直な2方向をx軸、y軸とする。この細長楕円体で近似したウィスカーが液体樹脂中にある。液体樹脂には電界強度 E_0 の様な電界が印加されており、細長楕円体の長手軸方向は、電界方向と角度 α をなす。ウィスカーは導体とし、液体樹脂の誘電率を ϵ とする。ここで、図11(b)のように、 (η, θ, φ) を座標の変数とする細長回転楕円体座標を用いる。図11(b)は、見やすくするためにz軸を水平にして示した。この座標で、 η が一定の面は楕円体表面となる。 θ が一定である面は、楕円体表面と直交し、z軸に対称な、お椀形状

表3 TiC ウィスカーの寸法と密度

Diameter (μm)	0.5-2
Length (μm)	20-70
Density (g/cm ³)	4.93



(a) 液体樹脂中の細長楕円体で近似したウィスカー



(b) 細長楕円体座標

図11 液体樹脂中のウィスカーと細長楕円体座標

となる。 $\theta = 0$ は正のz軸と一致し、 $\theta = \pi$ は負のz軸と一致する。 φ が一定である面は、z軸を通る平面となり、 φ の値はx軸となす角度になる。 (η, θ, φ) とデカルト座標の変数 (x, y, z) の関係を表式(1)~(3)に示す。

$$x = a \cdot \sinh \eta \cdot \sin \theta \cdot \cos \varphi \quad (1)$$

$$y = a \cdot \sinh \eta \cdot \sin \theta \cdot \sin \varphi \quad (2)$$

$$z = a \cdot \cosh \eta \cdot \cos \theta \quad (3)$$

$$(a > 0, 0 \leq \eta < \infty, 0 \leq \theta \leq \pi, 0 \leq \varphi \leq 2\pi)$$

ここで、 a は正の定数である。ウイスキーの表面は $\eta = \eta_c$ で表す。 $\eta_c = 0$ のときには、ウイスキーは、長さ $2a$ の線分となる。

液体樹脂中のウイスキーは電界方向に向くモーメントを受けるが、周囲の液体樹脂にその回転を妨げられる。液体樹脂がニュートン流体ならば、電界の値が小さくてもウイスキーは配向する。液体の紫外線硬化樹脂はビンガム性を有しており、作用するせん断応力が降伏点 τ_0 に達しないと、流動を開始しない。計算の詳細は省くが、ウイスキーが回転を開始するために必要な電界強度 E_0 の値は、次式求めることができる。

$$E_0 = \sqrt{\frac{2\tau_0 \sinh \eta_c \cosh \eta_c (\cosh^3 \eta_c - \sinh^3 \eta_c)}{\pi \varepsilon K \sin 2\alpha}} \quad (4)$$

式(4)の K は、細長楕円体表面を表す η_c に関する無次元の定数であり、次式のように表される。

$$K = \frac{\left[6 \cosh^2 \eta_c - 4 - 3 \left(\sinh^2 \eta_c \cosh \eta_c \left(\log_e \frac{\cosh \eta_c + 1}{\cosh \eta_c - 1} \right) \right) \right]}{\left[(\cosh \eta_c \left(\log_e \frac{\cosh \eta_c + 1}{\cosh \eta_c - 1} \right) - 2) \right]} \times \frac{1}{\left[2 \cosh \eta_c - \left(\sinh^2 \eta_c \left(\log_e \frac{\cosh \eta_c + 1}{\cosh \eta_c - 1} \right) \right) \right]} \quad (5)$$

式(4)より、せん断降伏応力 τ_0 が大きくなるほど、回転させるために必要な電界強度は大きい値を必要とする。ウイスキーの長さの半分の値に相当する a は、式(4)には表れない。さらに、この電界強度の値は、ウイスキーが電界方向となす角度 α によっても異なる。ウイスキーが電界と 45° の角度をなすときに、最も小さい値となる。すなわち、電界がこの値以下では、ウイスキーは回転を始めない。

3・3 せん断降伏応力と誘電率の測定

ウイスキーを配向する際の液体樹脂中のウイスキーのまわりの速度勾配は非常に小さい。本研究の造形条件において、液体樹脂中のウイスキーが回転する場合のレイノルズ数は最大でも 10^{-5} 程度である。このため、本研究では速度勾配が非常に小さい場合での液体樹脂の粘度を、落球式測定法により測定した。

測定結果を図12に示す。図12の横軸はせん断速度勾配に相当する値であり、縦軸はせん断応力に相当する値である。図12中の丸印は測定点であり、丸印を通る直線は、直線回帰分析した結果である。この直線の勾配が粘性係数の値となる。一方、原点を通る直線は、製造元の粘性係数の公表値である $0.36 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ のニュートン流体

についての関係である。図12より、両方の直線の勾配はほぼ等しいが、測定値は原点を通らない。すなわち、せん断速度勾配の値が0となってもせん断応力の値は0とはならず、 1 Pa 程度の値となる。この値が3.2節で述べたせん断降伏応力 τ_0 となる。

式(4)で示したように、液体樹脂の誘電率も配向に必要な電界強度の値に影響する。硬化した紫外線硬化樹脂の比誘電率は製造元で測定されているが、液体の樹脂については、測定されていない。このため、液体の紫外線硬化樹脂の誘電率を測定した。液体樹脂を平板間に満たし、これをコンデンサとみなして静電容量を測定することによって液体樹脂の比誘電率を算出した。その結果を図13に示す。比誘電率の値は印加する周波数が高くなるにつれて減少する。

3・4 ウイスキーの配向

ウイスキーが回転を始めるために必要な電界強度の計算値を図14に示す。図14の横軸は、ウイスキーの角度である。3・2節で述べたように、 45° のときに最も回転しやすい。印加する周波数は、図13に示した比誘電率の値の違いを示している。図14より、周波数が高くなると、配向に必要な電界強度の値は高くなるが、顕著な差はない。電界から 45° 傾いたウイスキーは 20 V/mm 以下で回転を開始するが、角度が 45° からずれるにつれて、必要な電界強度の値は大きくなる。計算上は、電界

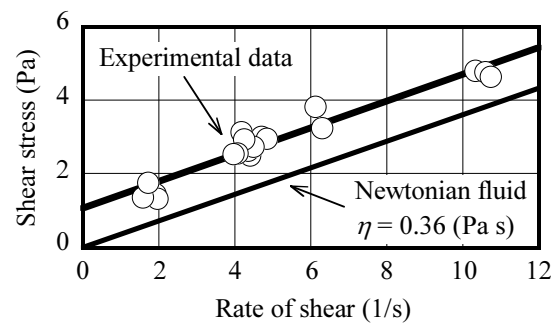


図12 液体樹脂のせん断応力とせん断速度勾配

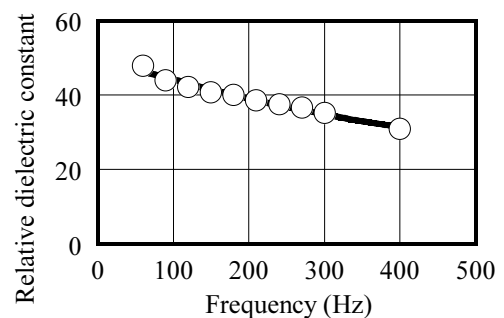


図13 液体樹脂に印加する交流周波数と比誘電率

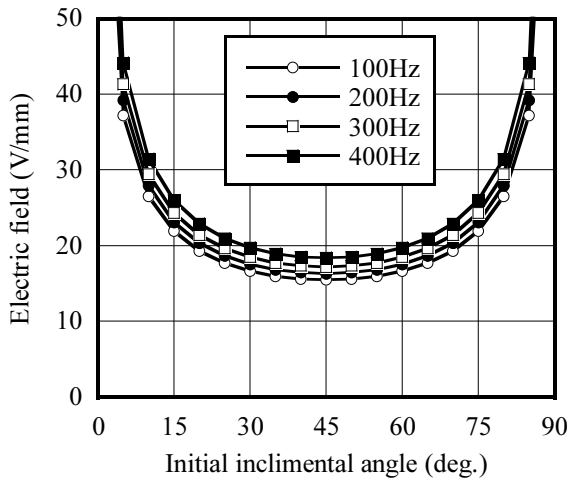


図 14 ウィスカーが回転を始める電界強度の計算値

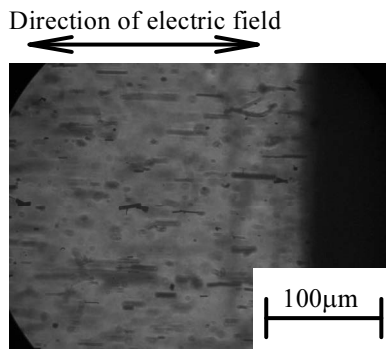


図 15 液体樹脂内のウィスカーの配向
(電界強度：100 V/mm, 印加時間：180 s,
電界周波数：100 Hz)

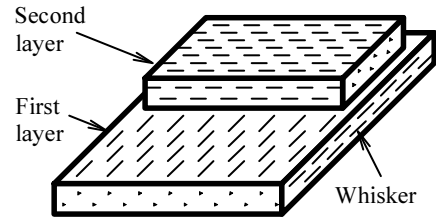
から 90° の角度をなすウィスカーにはモーメントが作用しないことになる。図 14 によると、計算の上では、電界から 85° 傾いていても、50V/mm の電界を印加すれば、回転を開始して、配向することが可能である。

液体樹脂とウィスカーの混合物に交流電界を印加し、印加時間と配向のようすを光学顕微鏡で観察した。その一例を図 15 に示す。写真中の黒い線がウィスカーである。図 15 は 180 秒間、印加した状態であるが、100 V/mm の電界強度だと 20 秒以内に配向させることができる。

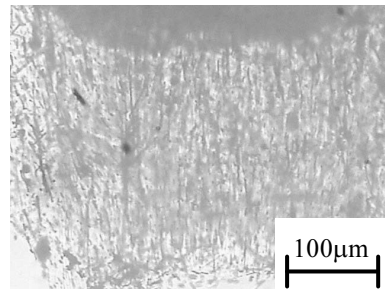
ウィスカーを配向して樹脂を硬化させた例を図 16 に示す。図 16(a)は硬化物の概略で、1 層目と 2 層目で異なる方向に配向した。図 16(b)は 1 層目の写真で、図 16(c)は 2 層目の写真である。各層の厚さは 300μm である。

4. 結言

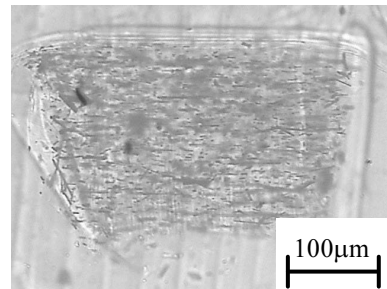
以上のように、磁界や電界を利用して紫外線硬化樹脂中で短繊維を配向するための条件について検討した。この検討結果から、配向した短繊維で強化したマイクロ構



(a) 概略図



(b) 1 層目の写真



(c) 2 層目の写真

図 16 配向したウィスカーで強化したマイクロ積層構造物

造物を、光造形法を応用して実際に製作することができた。

謝辞

本研究を遂行するにあたり、天田金属加工機械技術振興財団より、一般研究開発助成 (AF-2009207) を賜りました。ここに、厚く御礼申し上げます。

文献

- (1) 中本剛, 児嶋伸弥, “磁界によって配向した短繊維で強化したマイクロ部品の光造形 (短繊維を配向した薄膜の積層)”, 日本機械学会論文集 C 編, Vol. 76, No. 772 (2010), pp. 3843–3848.
- (2) 中本剛, 金久修, 須川陽平, “電界により配向したウィスカーで強化したマイクロ部品の光造形”, 日本機械学会論文集 C 編, Vol. 77, No. 782 (2011), pp. 3881–3890.