

博士論文(要約)

論文題目 微小液滴操作技術の開発と  
そのマイクロ液体物性測定への応用

氏 名 石綿 友樹

## 1. はじめに

インクジェット技術の発展により印刷プロセスは非常に安価で容易となり、一般家庭にもプリンタとして広く普及している。その一方で、インクジェット技術の利便性を活かした微細加工への応用も研究され始めている。しかし、より複雑な構造体を生成するためには液滴を制御し、観察する技術が必要となる。

## 2. 液滴の制御技術

微細加工を行ううえで必要となる制御技術として、(a) 生成、(b) 偏向、(c) 加速、(d) 減速、(e) 変形、(f) 回収が挙げられる。

### (a) 生成

プリンタなどで広く利用されているオンデマンド型インクジェットは利用できる液体に制限があり、特に粘度においては 10 mPa・s 程度に限られる。以上のことから、利用できる液体の種類を広げるため、連続型インクジェット技術を用いて高粘度の液体でも液滴として吐出できる装置を開発した。

内径 8~30 μm のガラス毛細管と piezo 素子を組み合わせた連続型のインクジェットにより、強酸・アルカリ・粘度 100 mPa・s 程度までの液体を吐出することが可能になった。

### (b) 偏向

誘電体に対して電場を印加すると、誘電体の内部と外部で誘電エネルギーの差が生じるため界面で力が生じる。この力を用いることで液体の進行方向を変える技術を開発した。

液滴の飛翔経路上に電極を設置し非一様電場を印加する。このようにすると、液滴は誘電エネルギーの差から電極方向へと引き寄せられる。このときの力は、電極に最も近くにいた液滴にしか働かない。そのため飛翔する液滴の通過タイミングに電極電圧を同期させることで任意の液滴の制御が可能である。

電極形状を球形とし、液滴の分極形状を双極子で近似すると、液滴に働く力は

$$F = -8\pi\epsilon_0 V^2 r_n^2 \frac{\epsilon_r - 1}{\epsilon_r + 2} \frac{R^3}{r^5} \quad (1)$$

となる。ここで、 $\epsilon_0$ : 真空の誘電率、 $V$ : 電極電圧、 $r_n$ : 電極半径、 $\epsilon_r$ : 液滴の比誘電率、 $R$ : 液滴半径、 $r$ : 電極と液滴の距離である。

飛翔液滴を偏向制御した際の顕微鏡画像を図 2 に示す。液滴は左から右へと飛翔している。図中央に設置された電極の電圧を変化させることで、任意の液滴の進行方向が変化できていることが確認できる。

また、電極電圧を変化させながら液滴の偏向角度を測定した結果が図 3 である。実験結果を

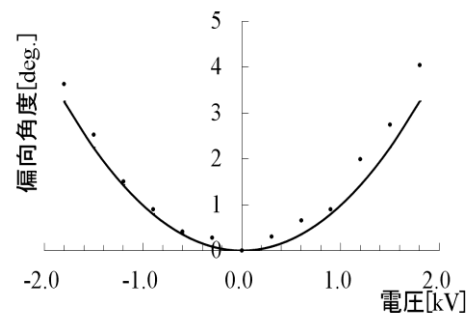


図 3. 液滴の飛翔方向の変化。

点で、理論計算による結果を曲線で示した。実験結果は電圧の 2 乗に依存するという誘電相互作用の特徴をよく表しており、また理論曲線ともよく一致している。

### (c) 加速 (d) 減速

偏向制御においては 1 本の電極を用いたが、2 本の電極を用いることで、進行方向を変えずに速さのみ変えることができる。液滴が電極を通過する前に電圧を印加すると液滴は加速し、通過後に電圧を印加すると液滴は減速する。

図 4 は液滴を加速させたときの顕微鏡映像である。液滴は左から右へ飛翔している。(a)のタイミングにおいて電圧を印加することで液滴は加速し、前を飛翔していた液滴に衝突している。

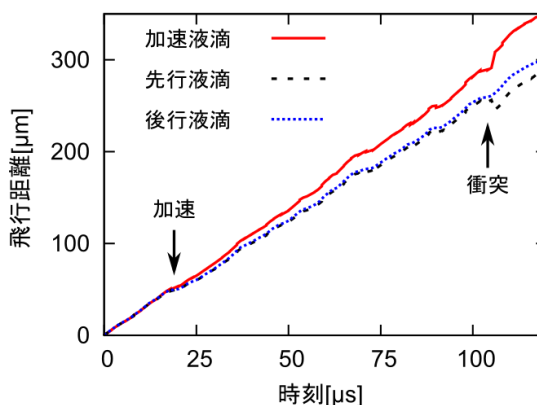


図 5. 加速制御時の液滴の飛翔距離。

図 5 は撮影開始時からの液滴の飛翔距離を示している。このように特定の液滴のみ加速してることがわかる。またこのときの液滴は 2.4 m/s から 2.8 m/s まで加速しており、理論と比較しても妥当な結果である。

### (e) 変形

液滴の物性評価をするためには液滴を変形させてその応答を見る方法が考えられる。そこで、液滴を変形させる技術も開発した。本研究ではここまでの制御技術と同様、誘電相互作用によって生じる力を用いて液滴を変形させた。

一様電場中の液滴の変形率Dは

$$D = \frac{9r\epsilon_0 E^2}{16\sigma} \left( \frac{\epsilon_r - 1}{\epsilon_r + 2} \right)^2 \quad (2)$$

となる。ここで変形率Dの定義は、変形後の液滴の電場方向の長さをL、電場に対して垂直方向の長さをBとした際に  $D = (L - B)/(L + B)$  とした。

図 6 は半径 29 μm の液滴に電場を印加し、その変形を顕微鏡で観察したものである。このときの変形率は 0.04 となった。

### (f) 回収

構造体を形成させた後の回収方法として、別の液体へ突入させることで減速・回収する手段が考えられる。そこで蒸留水の液滴を静止した油の層へと突入させその挙動の観察をおこなった。

図 7 は油の粘度を変えて観察した結果であり、粘度の 1 mPa・s 程度では安定して液滴が油中に突入させることができたが、粘度が 5 mPa・s 以上に高くなると安定しなかった。これは粘度が高くなると突入時に液滴が油表面で破裂したり、液滴同士が衝突したりしているものと考えられる。

そこで発表者はこれらを回避しながら水性の液滴を油中に分散させる方法として液体ジェットを利用した。一度液滴を液体ジェットに入れることでセル内に安定に回収できると考えられる。

図 8 は粘度  $20 \text{ mPa} \cdot \text{s}$  の液体ジェットに突入させた際の半径  $36 \mu\text{m}$  液滴の顕微鏡による観察結果であり、図 9 はジェットごとセルに回収した後、再度顕微鏡で観察した結果である。図 9 で観察された液滴の径は突入前の液滴と同程度である。これらの観察結果からジェットを利用することで液滴を安定して粘度の高い油に分散させることができると考えられる。

### 3. 液滴振動を用いた物性測定

界面活性剤溶液は界面活性剤が表面に吸着するため表面張力が溶媒よりも落ちているが、特に新たな表面を形成した直後では時間とともに界面活性剤が表面へと吸着し、それに伴って表面張力が時間変化する現象がみられる。インクジェットプロセスでは非常に高速に液滴を生成するため、液滴を形成した直後では界面活性剤がまだ吸着しきっておらず、表面張力の変化を伴いながら飛翔している。表面張力の時間変化を測定する手法として最大泡圧法があるが、この手法では  $1 \text{ ms}$  よりも短い時間領域における表面張力を測定することはできない。また表面張力の時間変化はインクジェットに関してだけでなく洗剤の起泡性などにも重要であり、このような表面張力の時間変化を測定することは産業的にも重要である。

そこで液滴の振動モードを観察し  $1 \text{ ms}$  よりも短い時間スケールにおける表面張力の時間変化を測定する手法を開発した。連続吐出型インクジェットは  $100 \mu\text{s}$  で液滴を生成することができるため最大泡圧法に比べ非常に高速な領域の測定が可能である。また液滴の飛翔経路上に 2 本の電極を対称的に配置し、液滴の通過に応じて  $2 \mu\text{s}$ 、 $1 \text{ kV}$  のパルス電圧を印加することで、マクスウェル応力により変形させる。このようにして変形した液滴は表面張力を復元力として振動することになる。このとき液滴の角振動数  $\omega$  は

$$\omega = \sqrt{\frac{8\sigma}{\rho R^3}} \quad (3)$$

と表される。ここで  $\sigma$ : 表面張力,  $\rho$ : 密度,  $R$ : 半径である。よって式(3)を用いることで液滴の振動観察から表面張力を求めることができる。

図 10 はデシル硫酸ナトリウム水溶液を濃度変えながら測定したものである。このように非常に短い時間領域の表面張力の測定に成功した。この技術を用いることにより表面膜の形成過程を測定することができ、微小な構造体をインクジェットで形成していく際の重要な観察手法となる。

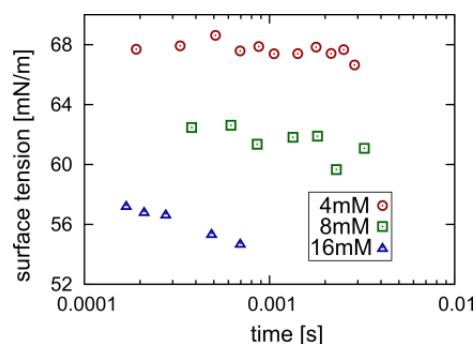


図 10. デシル硫酸ナトリウム水溶液の表面張力変化.