

機関番号：32612

研究種目：若手研究（B）

研究期間：2009～2010

課題番号：21760101

研究課題名（和文） 粘弾性高分子材料の極低温微細切削加工

研究課題名（英文） Cryogenic micromachining of visco-elastic polymer materials

研究代表者

柿沼 康弘 (KAKINUMA YASUHIRO)

慶應義塾大学・理工学部・専任講師

研究者番号：70407146

研究成果の概要（和文）：マイクロ流体チップ材料として使用される高分子材料ポリジメチルシロキサン（PDMS）は低弾性であるため、切削などの機械加工が困難であった。PDMS はガラス転移点以下で硬化する特性がある。本研究では、PDMS を液体窒素中で硬化させ、微細工具を用いて極低温下で切削する極低温マイクロマシニング法を提案し、PDMS に形状精度の高い複雑 3 次元形状の微細溝を短時間で加工可能であることを明らかにした。さらに、予変形を援用した極低温マイクロマシニング法を提案し、通常的手法では形成できない曲がり穴や工具径より微細な溝を製作することに成功した。

研究成果の概要（英文）：Polydimethylsiloxane (PDMS) is difficult to machine by conventional cutting process because of its low elasticity and high adhesion. We proposed the cryogenic micromachining method assisted by liquid nitrogen cooling for direct fabrication of 3D micro channels on PDMS substrate in short time. The cryogenic cutting mechanism is clarified through some verification experiments. Moreover, Pre-Deformation-assisted Cryogenic Micromachining (PDCM) method is also proposed for fabricating the unique shapes of channels and its validity is evaluated experimentally. The results of cutting tests show that 3D unique micro channels can be processed precisely and rapidly on PDMS.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009 年度	2,500,000	750,000	3,250,000
2010 年度	1,000,000	300,000	1,300,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,500,000	1,050,000	4,550,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・生産工学・加工学

キーワード：ナノマイクロ加工、極低温マイクロ加工

## 1. 研究開始当初の背景

従来の大型化学分析機器が手の平に載る程のサイズまでに小型化され、現在ではマイクロ TAS が台頭し、MEMS の進展とともに発展を遂げている。幅数十～数百ミクロンを有するマイクロチャンネルが多数配置された

マイクロ流体デバイスに、マクロスケールでは常識となった機能を付加するために、複雑な MEMS 加工に主眼が置かれている。MEMS 加工は、ケミカルの加工法であるフォトリソグラフィが主流で発展してきたが、フォトリソグラフィによる微細加工は

工程が複雑であるため加工時間が長時間に及ぶこと、劇薬物を使用するため環境負荷が非常に大きいこと、複数の高額設備やクリーンルームが必要で新規の市場参入が難しいこと、2.5次元の単純形状の加工が一般的で複雑3次元加工に不向きであるなどの課題がある。

近年、ナノ単位で位置決め可能な高精度リニアモータ駆動テーブル、高精度スピンドルなどの機械要素技術の発展、高精度形状測定技術や工具位置検出技術の発展、微細工具の出現に伴い、切削加工技術はマクロからマイクロスケールに至る形状の創成まで実現している。また、切削加工技術は、大量生産性に関して射出成形やフォトリソグラフィなどに比べて劣るが、3次元複雑形状を有する製品の加工に適していることや、追加工が容易であること、高精度な形状創成が実現できることから、高付加価値デバイスのテーラメイド加工に適している。PDMSに切削プロセスが適用できれば、高精度な3次元微細流路を高効率で加工することができ、高負荷価値のあるテーラメイドマイクロ流体チップの開発に大きく貢献すると期待される。

## 2. 研究の目的

一般的にガラス転移点の低い非結晶高分子材料は常温においてゴム状態で、低剛性・高粘性であり、更にPDMSは粘着性も有するため、直接これを切削加工することは困難である。粘弾性高分子材料はガラス転移点以下の低温状態では非結晶部の分子運動が抑制されゴム状態からガラス状態に遷移する。この状態では剛性が著しく高まり、粘着性は消失するため、切削プロセスを適用することが可能になると考えた。このような粘弾性高分子材料の物理的・化学的特性の観点から、PDMSをガラス転移点以下に冷却し、ガラス状態で延性モード切削する「極低温マイクロマシニング法」は、短時間で高精度な3次元微細構造を形成する手法として有効であると考えた。

そこで、本研究では、常温から極低温までのPDMSの粘着性及び硬度特性の変化と、切削性の変化を調べ、粘弾性高分子材料の粘着性と硬度が微細切削加工特性に及ぼす影響を実験的に明らかにすることで、提案した極低温マイクロマシニングの切削メカニズムを物理的視点から解明する。また、極小径エンドミルを用いた場合の極低温マイクロマシニング法の切削特性解析を行い、加工面性状が最良となる最適加工条件を明らかにする。更に、ねじりや曲げなどの予変形とドリルやエンドミルなどの加工法の組み合わせにより、曲がり穴などを形成する予変形援用極低温マイクロマシニング法を提案し、この有効性を検証する。最終目標として、本手

法で試作したマイクロ流体チップの評価を行い、製造プロセスとしての実用可能性を検討する。

## 3. 研究の方法

本研究では、(1)マシニングセンタに後付け可能な冷却ユニットの開発、(2)極低温下におけるPDMSの加工特性解析、(3)予変形加工の評価、(4)3次元複雑流路を有するPDMSマイクロ流体チップの試作と評価を行い、極低温マイクロマシニング法によるマイクロ流体チップ製造技術の開発を行う。

### (1) マシニングセンタに後付け可能な極低温冷却ユニットの開発

極低温下での微細切削を行うために、PDMSをガラス状態に維持する極低温冷却装置は必要不可欠がある。PDMSはガラス転移点最も低い非結晶高分子材料であり、その温度はマイナス123℃である。そのため、PDMSをガラス転移点以下まで極低温冷却するには、液体窒素が有効であると考えられる。液体窒素は沸点がマイナス196℃であるため、これによる極低温冷却を行えばPDMSを十分にガラス状態にすることができる。そこで、液体窒素を冷却剤として用い、マシニングセンタに後付け可能な極低温冷却ユニットを開発する。液体窒素を自動供給し、PDMSは常に液体窒素に浸した状態にする。これにより、PDMSをガラス状態に維持できるとともに、液体窒素が潤滑・切り屑排出・加工時の急激な温度上昇の抑制など切削液と同等の役割を担うことが期待できる。

### (2) PDMSの極低温加工特性解析

極低温環境下での材料特性の変化に伴い、切削性が向上するメカニズムについて、十分な検討がなされていない。そこで、常温と極低温下でのPDMSの材料特性の変化を調べ、得られた結果に基づいて切削機構を実験的に解析する。

次に極小径エンドミルを用いて、極低温下でのPDMS切削加工特性解析を行う。本研究で提案する極低温マイクロマシニング法では、加工点近傍での発熱による切削性の低下が予想されるため、発熱が少なく良好な加工面性状を得ることが可能な加工条件を検討する。加工特性解析には、立て型3軸マシニングセンタ(NVD-1500、森精機製作所)を用いた。

### (3) 予変形加工の基礎特性評価と応用

弾性高分子材料の低弾性を活かし、予変形した状態で極低温冷却し加工を施すことで、特殊形状溝・ねじり穴・工具径よりも幅の狭い溝などを形成できる「予変形援用極低温マイクロマシニング法」を開発する。曲げやね

じれなどの予変形とエンドミルやドリルなどの加工方法の組み合わせにより、幾何学的に形成できる加工形状を検討する。たとえば、図1に示すように、曲げ変形とドリル加工を組み合わせることで曲がり穴の形成が可能になる。

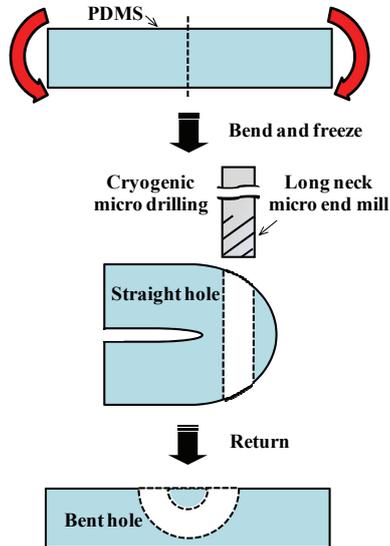


図1 予変形援用極低温マイクロマシニングによる曲がり穴加工

(4) 3次元複雑流路を有するPDMSマイクロ流体チップの試作と評価

フォトリソグラフィーでは加工が難しい3次元形状の溝を施したPDMSのマイクロ流体チップを提案手法により試作し、実用可能性を検討する。

#### 4. 研究成果

##### (1) 極低温冷却ユニットの開発

ガラス状態を維持したままPDMSを加工するために、極低温マイクロマシニング用の冷却ユニットを設計・作製した。構成図を図2に示す。PDMSを均一かつ十分に冷却するために、液体窒素チャンバとワークホルダは熱伝導率の高いアルミニウムを使用し、冷却効果をも高めるためにチャンバの外側に熱伝導率の低いベークライトのフレームを設置した。またマシニングセンタのテーブルが凍結しないように、治具とテーブルの間に水循環装置を備えた。PDMSを液体窒素に浸した状態にすることで、常にガラス状態を維持でき、極低温マイクロマシニングが実現される。さらに、液体窒素が潤滑・切り屑排出の役割を果たすことも期待できる。試作した冷却ユニットをマシニングセンタに取り付けたときの概観を図3に示す。

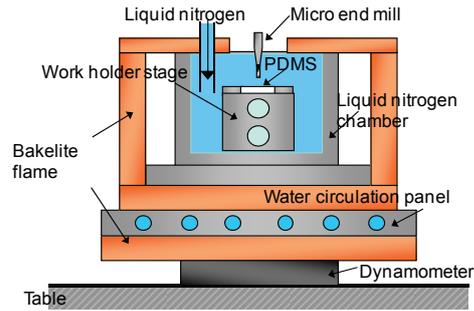


図2 極低温冷却ユニットの構成図

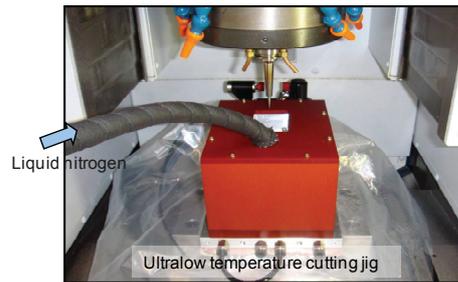


図3 極低温マイクロマシニングの様子

##### (2) 温度による材料特性変化

常温、ガラス転移点以下におけるPDMSの縦弾性率の変化を検証するため、マシニングセンタに切削動力計をとりつけ、試作した超硬製の押し込み試験子を用いて簡易的に押し込み試験を行った。縦弾性率 $E$  [Pa]は、 $Z$ 方向の力変位 $F_z$  [N]、試験子先端面積 $A$  [mm<sup>2</sup>]、材料厚さ $l$  [mm]、押し込み量 $\Delta l$  [mm]とすると、

$$E = \frac{F_z}{A} \cdot \frac{\Delta l}{l} \text{ Pa} \quad (1)$$

となる。それぞれの値を測定することで、縦弾性率 $E$ を求めた。なお、試験子先端面積 $A$ は0.5mm<sup>2</sup>とした。比較のためPMMA、PDMSと同様に高精度な切削加工が難しいNRに対しても行い、結果を図4に示す。常温下におけるPDMSの縦弾性率は6.88MPaとなり、NRの縦弾性率よりも小さい値を示したが、ガラス転移点以下にすることでPMMA程度まで著しく増加した。以上の結果よりガラス転移点以下にすることで、切削加工時に生じるPDMSの弾性変形が抑えられ、PMMAと同様に高精度に切削加工が可能になると考えられる。

次に常温、ガラス転移点以下におけるPDMSの動摩擦係数の変化を検証するため、試作した超硬製の摩擦試験子を用い、簡易的に摩擦試験を行った。動摩擦係数は、 $X$ 方向に加わる力を $F_x$  [N]、 $Z$ 方向に加わる力を $F_z$  [N]とすると、

$$\mu_k = \frac{F_x}{F_z} \quad (2)$$

となる。それぞれの値を測定することで動摩擦係数 $\mu_k$ を求めた。常温下での試験ではスティックスリップ現象を起し、先端部の接触面積が一定でないため、求めた動摩擦係数は公称動摩擦係数とした。比較のため PMMA に対しても摩擦試験を行い、それらの結果を図 5 に示す。なお、PDMS の表面粗さは Ra 10nm, PMMA は Ra 8nm のものを使用し、すべり速度は 100mm/min に設定した。常温下での PDMS の公称動摩擦係数はスティックスリップ現象により大きく変動し、その平均値は約 3.0 であることから、PDMS の高粘着性が確認できる。一方、ガラス転移点以下の公称動摩擦係数は定常的に 0.4 となり PMMA と同等な値まで低下し、粘着性が消失したことがわかる。以上より、ガラス転移点以下にすることで、工具周りの粘着が抑制され、工具すくい面における摩擦抵抗が著しく減少することから、被削性が飛躍的に向上すると考えられる。

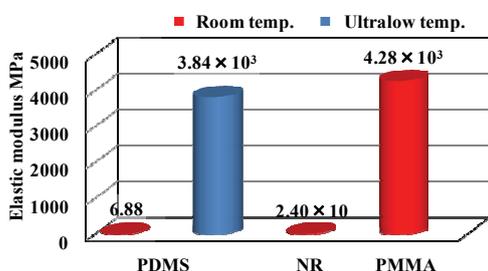


図 4 弾性率の比較

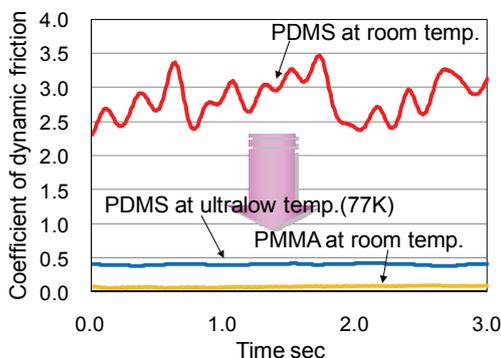


図 5 動摩擦係数の比較

### (3) 温度と切削性の関係

ガラス転移点付近における切削性の変化を調べるため、マイクロエンドミルを用いて溝加工試験を行い、提案した極低温マイクロマシニング法の有効性を検証した。PDMS に熱電対を取り付け、ガラス転移点前後における切削性の変化を評価した結果を図 7 に示す。PDMS のガラス転移点 ( $-123^{\circ}\text{C}$ ) 以上では、工具が PDMS を切り込むアップカット側では切削が行われているが、工具がぬけるダウンカット側で切り残しが生じ、溝形成が不完全である。一方、 $-123^{\circ}\text{C}$  以下であるとダウンカット側の切り残しも無くなり、溝形成が可能となる。また、常温下での切削プロセスとガラ

ス転移点以下での切削プロセスの様子を高速度カメラで撮影し、切削現象を観察した。常温下では工具周りに薄い PDMS がまとわりつき、切り屑の排出は見られなかったが、ガラス転移点以下においては白い切り屑が観察され、エンドミル加工されていることがわかった。以上より、粘弾性材料に対する極低温マイクロマシニング法の有効性が確認された。

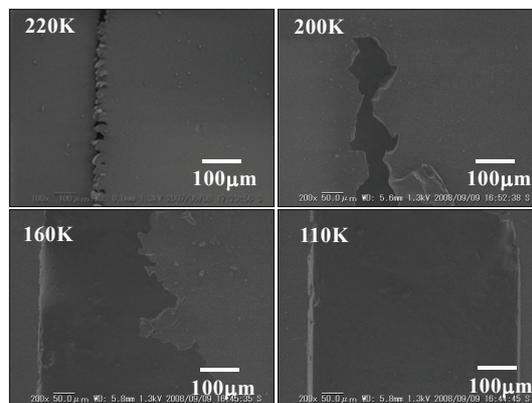


図 6 ガラス転移点付近の被削性変化

### (4) 最適加工条件の導出

理論上は、送り速度を低くして一刃の切り込みを小さくするほど加工面が向上するが、極低温切削の場合、送り速度が遅すぎると摩擦熱で加工面が軟化し、良好な加工面が得られない。そこで加工条件が微細溝底面の表面粗さに及ぼす影響を調べ、良好な加工面性状を得られる最適加工条件を明らかにする。本論文では溝底面の表面粗さ Ra が最も小さくなるときの加工条件を最適加工条件とした。切削速度の影響を調べるため、一刃送りを一定とし、表 1 (A) の加工条件で切削試験を行った。工具径  $\phi 0.5\text{mm}$  のときの切削速度と微細溝の加工表面粗さの関係を図 7 に示す。切削速度が速くなるにつれて加工面が向上し、速すぎると加工面が劣化することがわかる。切削速度  $23.6\text{m/min}$  のとき最も良い加工面が得られた。この他、表 1 (B) の加工条件で、一刃送りの影響を調べたところ、工具径によらず、 $0.1\mu\text{m/tooth}$  付近に設定することで良好な加工面が得られることを確認した。

### (5) 予変形加工と 3 次元マイクロ流体チップの試作・評価

常温時の PDMS の粘弾性特性および形状記憶性を活かして、曲がり穴を加工する予変形援用極低温マイクロマシニングの有効性を検討した。図 1 で示した通り、常温状態で PDMS 基板を曲げその状態を維持したまま、液体窒素下でガラス状態に遷移させる。この曲げ変形した部分にマイクロドリルにより極低温穴加工を行い、穴加工後に常温状態に戻

すことで曲がり穴を作製した。結果を図8に示す。この方法により、粘弾性材料に対して、通常の機械加工では形成できない曲がり穴を容易に加工できる。加工穴壁面の表面粗さはRa500nmであった。また、この他に、予め引っ張りにより、PDMSを伸ばした状態でマイクロエンドミルにより極低温加工することで、工具直径よりも狭い溝を形成することも確認した。

極低温マイクロマシニングおよび予変形援用極低温マイクロマシニングによる曲がり穴加工を応用して、図9に示す2次元・3次元マイクロ流体チップを製作した。多段微細溝や、立体交差するマイクロ流路が高精度に形成できることがわかる。また、加工時間は段取りも含め2時間程度であり、少量生産であれば、金型も必要なく、生産コストの削減、生産工程の短縮に大きく貢献できる。本手法により製作したマイクロ流体チップは実際にマイクロ流体工学の研究者らが使用している。これまでに、気液二相流を実現するチップや攪拌・混合を行うチップとして使用され、界面現象の解明などに役立っている。今後は、本手法が試作マイクロ流体チップの製造プロセスとして産業界において実用化されることを期待している。

表1 加工条件

	(A)	(B)
Rotational speed	5000-22500 min <sup>-1</sup>	15000-20000 min <sup>-1</sup>
Feed rate	1.0-4.5 mm/min	1.0-10.0 mm/min
Feed per tooth	0.1 μm/tooth	0.025-0.25 μm/tooth
Depth of cut	30-100 μm	
Cutting fluid	Liquid nitrogen	
Workpiece	PDMS	
Tool	Square end mill φ0.05-3.0 mm(NS Tool)	
Machine tool	3-axis vertical machining center(Mori Seiki)	

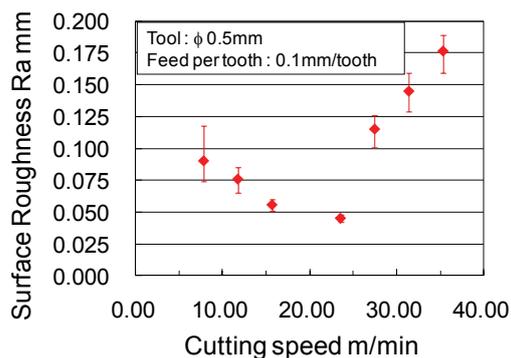


図7 切削速度と加工面性状の関係

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計2件)

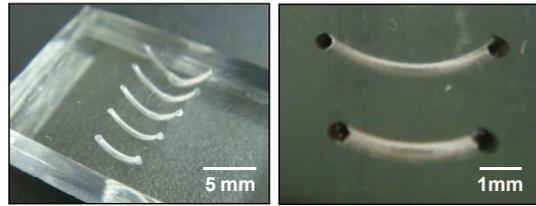
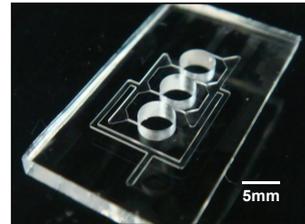
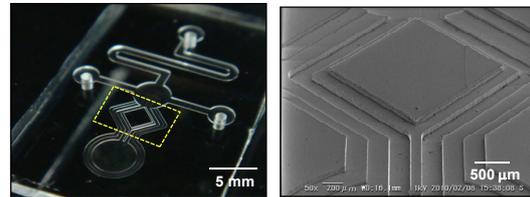


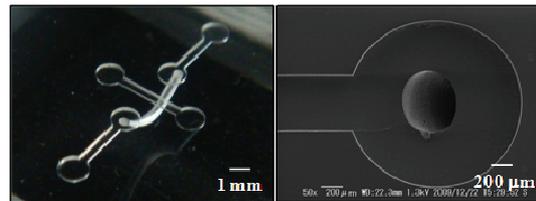
図8 予変形援用極低温マイクロマシニングにより製作した曲がり穴



(a) 2D マイクロ流体チップ



(b) 多段溝を持つ3D マイクロ流体チップ



(c) 立体交差流路を持つ3D マイクロ流体チップ

図9 試作したマイクロ流体チップ

1. S. Kidani, Y. Kakinuma, T. Aoyama, “Cryogenic Ultra Precision Machining of Viscoelastic Resin Materials”, 査読有, Proceedings of the 2010 International symposium on Flexible Automation, (2010) JPS-2718
2. K. Mishima, Y. Kakinuma, T. Aoyama, “Pre-Deformation-assisted Cryogenic Micromachining for Fabrication of Three-dimensional Unique Micro Channels”, Journal of Advanced Mechanical Design, Systems, and Manufacturing, 査読有, Vol.5, No.4 (2010)936-947

[学会発表] (計4件)

1. 柿沼康弘, “粘弾性材料の極低温マイクロマシニング” 第27回理研シンポジウム: マイクロファブリケーション研究の最新動向, 10月29日, (2010)
2. S. Kidani, Y. Kakinuma, T. Aoyama; Cryogenic Ultra Precision Machining of Viscoelastic Resin Materials, the 2010 International symposium on Flexible Automation, Tokyo, Japan, Jul. 12, (2010) JPS-2718

3. 木谷晋也, 柿沼康弘: ガラス状態遷移を利用した弾性高分子材料の超精密切削に関する基礎的研究, 2010年度精密工学会春季大会学術講演会卒業研究発表講演会, 3月16日, (2010) [優秀講演賞受賞]

4. K. Mishima, M. Yamamoto, Y. Kakinuma, T. Aoyama, Pre-Deformation-assisted Cryogenic Micromachining for Fabrication of Three-dimensional Unique Micro Channels, The 5th International Conference on Leading Edge Manufacturing in 21st Century of JSME, Osaka, Japan, Dec. 3, (2009) 647-652

[その他]

受賞: 切削ドリムコンテスト金賞受賞 (森精機製作所主催)

ホームページ: 青山・柿沼研究室

<http://www.ina.sd.keio.ac.jp/aoyama/index.html>

You tube: 機能性材料を駆使した次世代のシステムデザイン

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

柿沼 康弘 (KAKINUMA YASUHIRO)

慶應義塾大学・理工学部・専任講師

研究者番号: 70407146

### (2) 研究分担者

該当なし

### (3) 連携研究者

該当なし