

東京理科大学
TOKYO UNIVERSITY OF SCIENCE

地域イノベーション戦略支援プログラム（旧知的クラスター創成事業）
平成23年10月27日

地域イノベーション戦略支援プログラム グローバル型（第Ⅱ期） 成果 第23号
☆ ファインセラミックススプリングの開発 ☆

学校法人東京理科大学
理事長

塚本 桓世

財団法人長野県テクノ財団

理事長 市川 浩一郎
（長野県全域知的クラスター本部長）

拝啓 貴社ますますご清栄のこととお喜び申し上げます。平素より格別なるお引き立てを賜り厚くお礼申しあげます。この度、地域イノベーション戦略支援プログラムグローバル型（第Ⅱ期）における第23号の研究成果として、「ファインセラミックススプリングの開発」について、平成23年10月27日付けで発表いたします。是非、貴紙上または貴番組にてご紹介いただきますようお願い申し上げます。

敬具

※なお、内容解禁日は、以下のとおりお願い申し上げます。
平成23年10月27日（木）発表終了以降

○ はじめに

東京理科大学理工学部は「セラミックマイクロ／ナノスプリング（CMS）の大量合成に関する技術」の開発に成功しましたので発表致します。これは、文部科学省の「地域イノベーション戦略支援プログラム グローバル型（第Ⅱ期）」の「セラミックマイクロ／ナノスプリング（CMS）の大量合成に関する研究開発」で生まれた成果です。

○ 概要

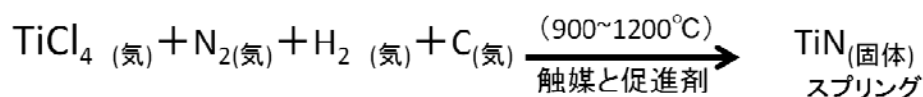
コイル状の炭素材料であるカーボンマイクロコイル（CMC）は、らせん構造を有し、他の炭素材料に比べて電磁波吸収特性、触覚・近接センサ特性や弾力性等に優れていることが知られている。こうしたカーボンコイルの特性は、コイル形状という特異な形態に因るところが大きい。ところが、CMC は機械強度と導電性が低いのでマイクロデバイス素子や機能性複合材素子として応用しにくい。

そこで、上記の欠点を克服し、かつ弾力性にも富むスプリングの開発が求められている。本研究では、直線状のスプリング軸を有し、弾力性および機械強度に優れたセラミックスプリングの製造方法を提供することを目的とする。本研究で得られる一重 TiN と TiC マイクロスプリングは、ファインセラミックスとしての高強度、高硬度、高融点を有するだけでなく、金属としての高導電性も有する。さらに、スプリングとしての機械特性（弾力性）と電気特性を有し、コイルのキラリティや電磁気特性などの様々な優れた特性を併せ持つ材料であり、多機能性材料の開発に成功したのは、世界で初めてです。

○ 開発成果

1. 合成法

本研究のセラミックスプリングは、鉄系の触媒の存在の下に、熱 CVD 法で大量合成ができた。



2. 形状

本研究のセラミックススプリングは、繊維が螺旋形状に伸びたバネ形状である。また、従来の2本の繊維が互いに巻き合いながら成長した二重コイルと違うものであり、一重のスプリング（右巻きあるいは左巻き）である。スプリングの軸はほぼ直線で、スプリング外径（直径）が $0.5\sim 4\mu\text{m}$ で、スプリングピッチは $0.1\sim 3\mu\text{m}$ である。スプリング長は2時間の成長時間で $0.5\sim 2\text{mm}$ になる。

3. 物性

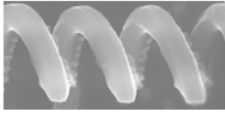
本研究のセラミックススプリングの伸び率は、1.5倍以上である。窒化チタン（TiN）を含むセラミックススプリングは金属光沢がある金色であり、高融点、高硬度と導電性に優れている。炭化チタン（TiC）を含むセラミックススプリングは、金属光沢がある銀色であり、高融点、高硬度と導電性に優れている物質である。TiNスプリングの抵抗率は $1.13\times 10^{-5}\Omega\cdot\text{m}$ であり、TiCスプリングの抵抗率は $4.3\times 10^{-5}\Omega\cdot\text{m}$ である。これらのスプリングは、弾力性に富み、機械強度も高いため、種々の電子製品に用いることができる。さらに、CMSを弾力性樹脂（シリコーン樹脂など）中に均一に分散・複合化させただけの極めて簡単な構造で、弾力性に富み、超微小化・薄膜化しやすい機能性複合材を製造することができ、センサ、電磁波吸収などの特性に優れた機能性材料としての応用ができる。

4. 期待される応用

バルク体としての応用は、センサ、電磁波吸収材、アクチュエータ、がん治療、触媒の担持体、三次元強化複合材などへの応用が期待される。

単体としての応用は、マイクロばね素子、MEMS（Micro-Electro-Mechanical Systems）、エネルギー変換器、コンデンサー、インダクタ、アクチュエータ、センサ（力、圧力、電気、磁気を検出）への応用が期待される。

研究開発背景 マイクロスプリングの特徴



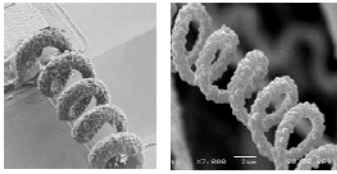
カーボンマイクロコイル

- ◆弾力性
- ◆非結晶質、脆い、導電性は高くない



TiN, TiC 焼結体

- ◆弾力性がない
- ◆高強度、金属の導電性、高硬度、高融点特性



TiN, TiC マイクロスプリング

- ◆ファインセラミックスの高強度
- ◆金属の高導電性
- ◆ばね特性
- ◆コイルの電磁気特性
- ◆キラル体の特性

併せ持つ

図1 背景

研究開発背景:カーボンマイクロコイル、TiN 焼結体、およびTiN マイクロスプリング・TiC マイクロスプリングの特徴の比較。

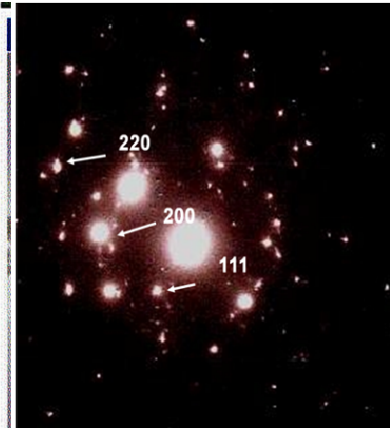
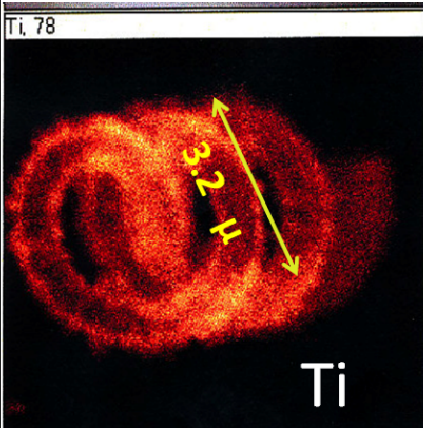
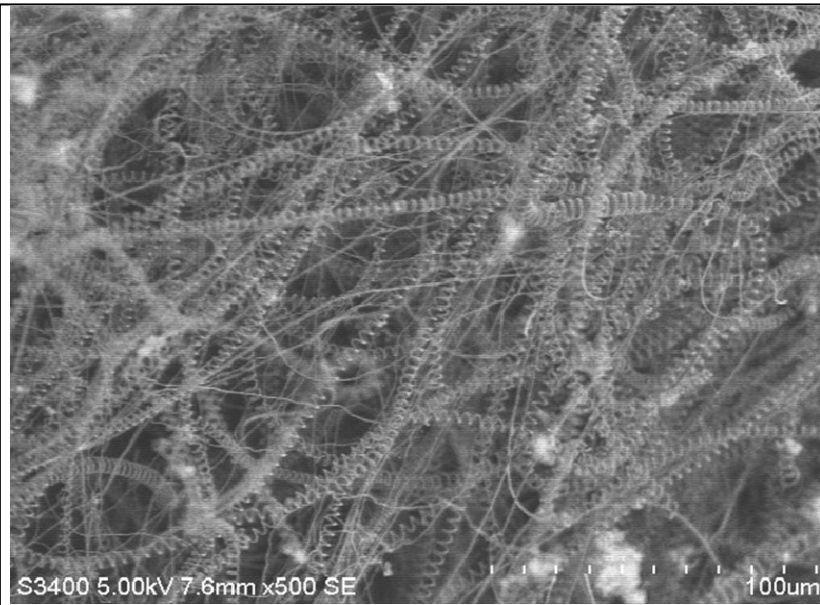


図2 大量合成

TiN マイクロスプリングの SEM 像、EDX 分析の Ti 元素分布図、および電子線回折。芯まで均一な TiN 結晶が有することを示している。

応用

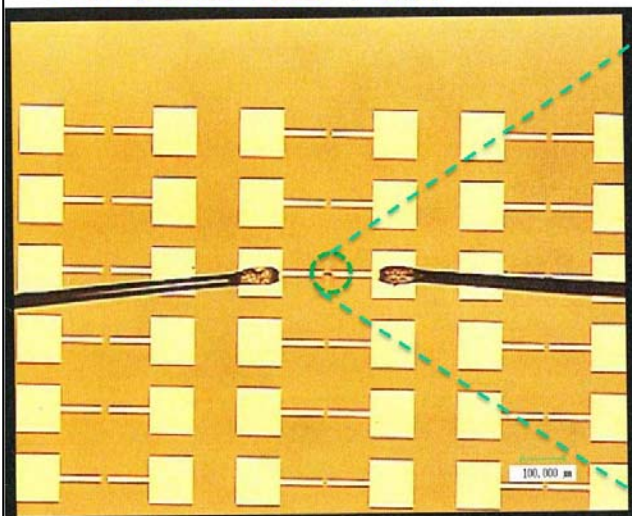
- ◆スプリングの機械特性(弾力性)、電気特性
マイクロばね素子、触覚・力・圧力センサ、共振体
- ◆コイルのキラル性、電磁気特性
電磁波吸収剤、アクチュエーター、電気・磁気センサ、誘電器、キラル体
- ◆セラミックスの高硬度と高融点
耐高温、高硬度マイクロ素子
- ◆金属の高導電性
マイクロヒーター、インダクター、コンデンサー

総合特性 → デバイス(MEMS)、エネルギー変換器

図3 期待された応用 TiNとTiC マイクロスプリングの諸特性とその応用、および総合特性とその応用。

マイクロデバイス素子の試作に成功

TiN素子製品の低倍率写真



FIB高倍率写真

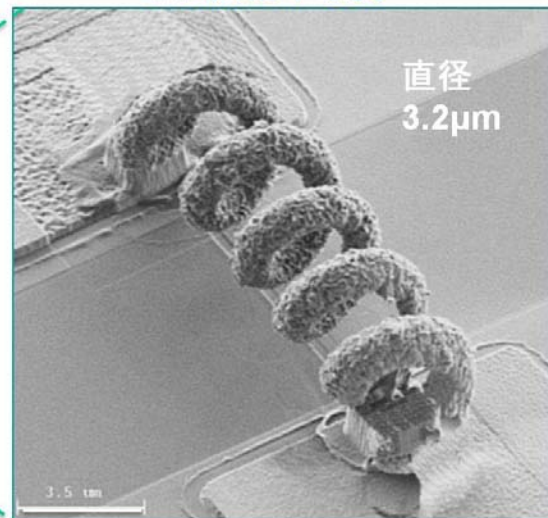


図4 TiN マイクロスプリング素子の試作に成功 基板の上にスプリング素子を設置している様子, およびTiN素子のFIB (Focus Ion Beam) 高倍率写真。

マイクロ電磁場変換器、検知器へ応用

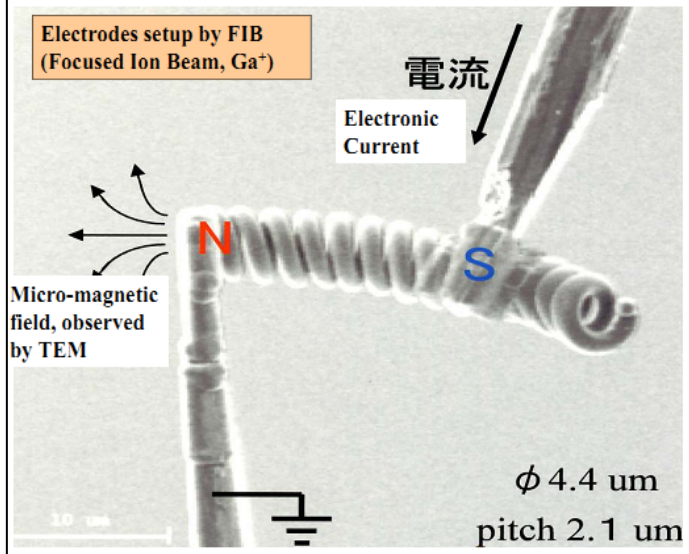


図 5 応用例 1 電磁場の変換器とセンサ

CMS はらせん構造をしているので、ファラデーの電磁誘導の法則に従い効率良く電磁波を吸収し、誘導起電力、したがって誘導電流が発生する。CMS を交番磁場（磁束密度：3.8G）中にさらした時の誘導起電力を生じる。この誘導起電力によりコイル端には微弱な磁場が発生し、TEM を用いて可視化が可能である。そこで、CMS はマイクロ電磁場変換器、検知器に応用が期待できる。

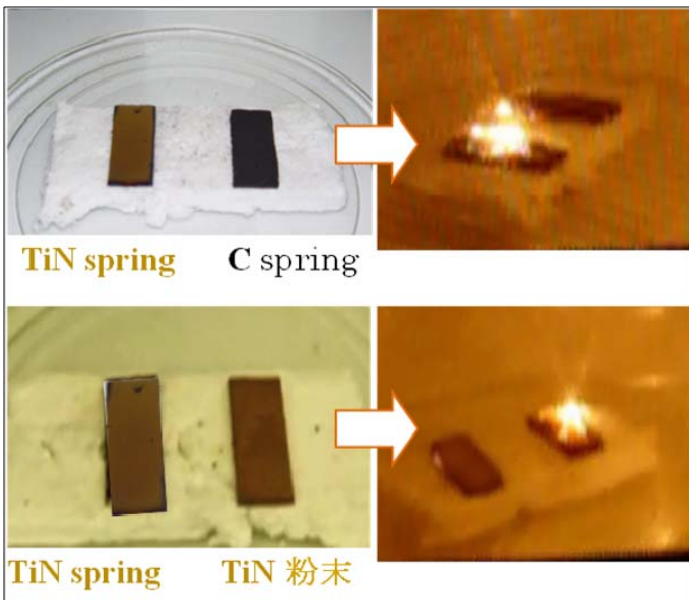


図 6 応用例 2

優れた電磁波吸収材

電磁波吸収力：TiN スプリング > C スプリング > TiN 粉末
CMS を電子レンジ（2.45GHz）の中に入れると、電磁波を吸収して短時間で赤熱・発光する。TiN スプリングはカーボンスプリングより著しく電磁波吸収特性は優れている。一方、TiN の粉末はあまり電磁波を吸収しないので、コイル構造と TiN 材質の特性の所為と考えられる。

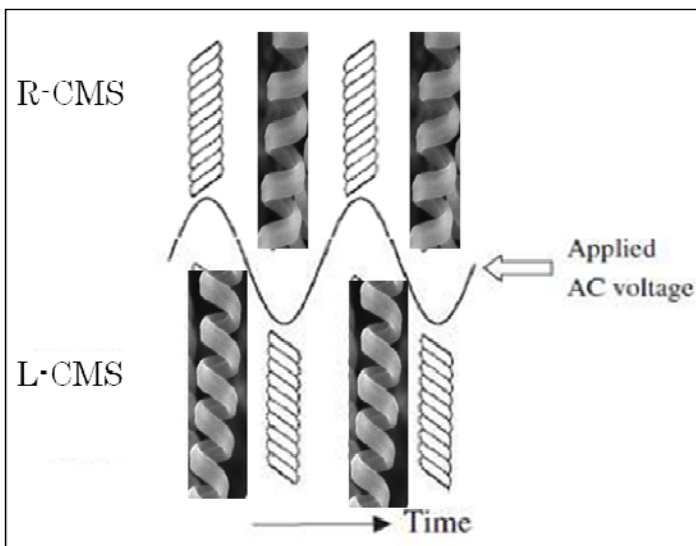
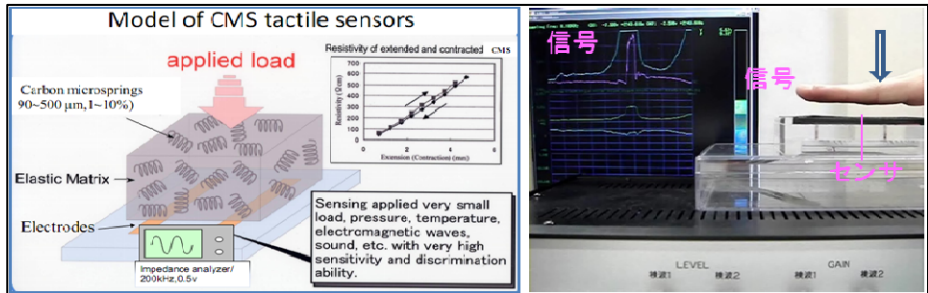


図 7 応用例 3

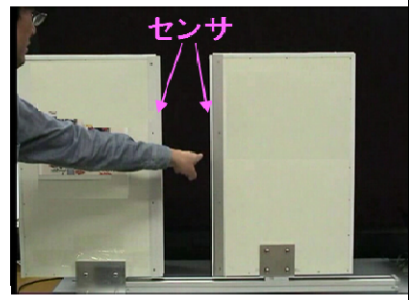
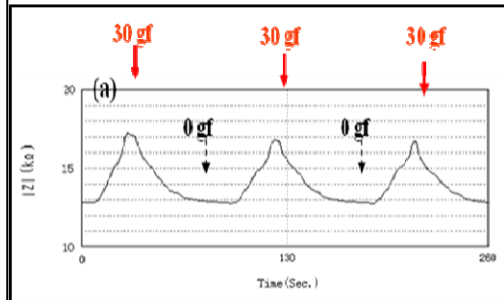
アクチュエータへ応用

AC 電流を印加すると、正弦波の谷の時に、R-CMS は伸び、L-CMS は縮む。逆に、正弦波のピークの時に、R-CMS は縮み、L-CMS は伸びる。この特性に基づいてアクチュエータへの応用が十分期待できる。



CMSは伸び縮みの際に、電気パラメーターがかわる。そのため、CMSと弾力性樹脂の複合素子は優れた触覚センサ特性を持つ。

さらに、CMSと弾力性樹脂の複合素子は優れた近接センサ特性を有する。



触覚センサ特性: 荷重をかけると、インピーダンスがかわる。

接触・近接センサ特性の応用: エレベーター、自動ドアの安全へ応用

図8 応用例4 触覚センサ・近接センサへの応用

CMSを弾力性樹脂（シリコン樹脂など）中に均一に分散・複合化させただけの極めて簡単な構造であるが、弾力性に富み、超微小化・薄膜化が容易であり、LCR複合共振回路形成により検出感度および識別能などのセンサ特性は、既存センサと比較して極めて優れている。したがって、医療用高感度・高識別能触覚センサ、ロボット用の皮膚感覚を持つ人工皮膚、各種応力・変位センサ、幅広い応用が期待できる。特にエレベーターの安全確保が期待できる。

○ 今後の予定

1. TiN マイクロスプリングの合成を低コスト化する。
2. TiN マイクロスプリングのセンサと電磁波吸収製品を開発する。
3. TiN マイクロスプリングの MEMS への応用を企画する。
4. 共同で研究開発する企業を探す。

* この件に関するお問い合わせは、下記までお願い致します。

技術移転、共同研究等に関するお問い合わせは、下記までお願い致します。

〒162-8601 東京都新宿区神楽坂 1-3

東京理科大学 科学技術交流センター(承認TLO)

担当コーディネータ 金山 正明

TEL:03-5225-1089 FAX: 03-5225-1265

E-mail: kanayama_masaaki@admin.tus.ac.jp

研究内容に関するお問い合わせは、下記までお願い致します。

〒278-8510 千葉県野田市山崎2641

学校法人東京理科大学 理工学部 工業化学科

教授 阿部 正彦

TEL:04-7124-1501 FAX: 04-7121-2439

E-mail: abemasa@rs.noda.tus.ac.jp

楊 少明・陳 秀琴

Email: xqchen@rs.noda.tus.ac.jp

用語の補足的説明

カーボンマイクロコイル

カーボンマイクロコイル(英語: carbon micro coil, 略称 CMC)とは、直径が 1~50 μm 、ピッチが約 0.01~3 μm でコイル型に巻いた炭素繊維である。

窒化チタン (TiN) ファインセラミックス

NaCl の FCC 結晶構造を有し、格子間の侵入型の構造により、金属結合、共有結合、イオン結合を同時に有するため、セラミックスの高硬度と高融点と金属の高導電性が同時に有する。

融点は 3000°C、電気伝導率も高く、金に似た色調を有し、金属的特性を示す。また、高い硬度、優れた研磨耐性 (abrasive wear)、潤滑特性、化学的な安定性と熱安定性を示すため、優れている特殊セラミックス材料である。

CVD 法

化学気相蒸着 (CVD: Chemical Vapor Deposition) とは、さまざまな物質の薄膜を形成する蒸着法のひとつで、石英などで出来た反応管内で加熱した基板物質上に、目的とする薄膜の成分を含む原料ガスを供給し、基板表面あるいは気相での化学反応により膜を堆積する方法である。熱 CVD は CVD の一種であり、熱エネルギーによる原料ガスの分解生成物や化学反応を利用することが特徴である。

切削 (せっさく) 工具の表面処理や半導体素子の製造工程において一般的に使用される。単結晶、ファイバー (カーボンナノチューブ) の成長にも応用されている。

EDX

EDX とは EDX (Energy Dispersive X-ray spectroscopy) と略され、エネルギー分散型 X 線分析であり、電子ビーム等で物体を走査した際に発生する特性 X 線を検出し、X 線から得られるエネルギーの分布から物体の構成物質を調べる分析手法またはその装置。分析元素範囲は B (ホウ素) ~ U (ウラン)。

特性面では数百~数 μm 程度の表面範囲また数 μm の表面深度と比較的広範囲な部分の検出に有効である。範囲を狭めた検出には WDS (wavelength dispersive X-ray spectrometry) 波長分散型 X 線分析 (または分光法、分光器) のほうが一般的に高分解能であるが、分析時に検出器の取り付け位置などで分析の制限を受けることがある。

エネルギー分散型 X 線分析装置は走査型電子顕微鏡や透過型電子顕微鏡などにオプションとして付けられることが多い。主に半導体 X 線検出器、冷却システム、定量分析 (ソフトウェア、PC) などで構成する。

FIB (Focus ion beam)

集束イオンビーム (FIB, Focused Ion Beam) は、イオンを電界で加速したビームを細く絞ったものである。集束イオンビームは、微細加工、蒸着、観察などの用途に用いられる。

微細加工用の FIB 装置では、ガリウム (Ga) イオンビームが用いられている。集束イオンビームを当てて試料表面の原子をはじきとばすこと (スパッタリング現象) によって試料を削ることができる。集束イオンビームは数 100nm から数 nm まで絞ることができるので、ナノ領域での加工が可能である。加速電圧と電流密度が高いほど加工速度も速くなるが、加工表面近傍のダメージ層も厚くなってしまふ。また、はじき飛ばされた原子は、周辺に再堆積 (リデポジション) する。90 年代以降は、SEM あるいは TEM 観察用の試料を作製する際にも、よく FIB 加工装置が用いられている。

集束イオンビームを用いて SIM (Scanning Ion Microscope: 走査イオン顕微鏡) 像を観測することができる。SIM とは、イオンビームを試料に照射させたときに飛び出してくる 2 次電子を測定することによ

り試料表面の様子を観測する方法である。集束イオンビームを用いてエッチングをした試料を、同じ装置でSIM像を観測するといったことができる。近年は、FIB加工装置に電子銃を取り付けてSEMとしての機能を併せ持たせたダブルビームFIB、さらにはArイオン銃を装備してイオンミリングが可能なトリプルビームFIBという加工装置も発売されている。

MEMS (Micro-Electro-Mechanical system)

MEMS (メムス、Micro Electro Mechanical Systems) は、機械要素部品、センサ、アクチュエータ、電子回路を一つのシリコン基板、ガラス基板、有機材料などの上に集積化したデバイスを指す。プロセス上の制約や材料の違いなどにより、機械構造と電子回路が別なチップになる場合があるが、このようなハイブリッドの場合もMEMSという。

主要部分は半導体集積回路作製技術にて作るが、立体形状や可動構造を形成するための犠牲層エッチングプロセスをも含む。

現在、製品として市販されている物としては、インクジェットプリンターのヘッド、圧力センサ、加速度センサー、ジャイロスコープ、DMD (プロジェクター) などがある。

アクチュエータ

アクチュエータはものを動かしたり、制御したりする機械的あるいは油空圧的装置のことで、利用する作動原理 (入力するエネルギー) によりさまざまなものが開発され利用されている。一般には伸縮や屈伸といった単純な運動をするものに限られ、電動機 (モーター) やエンジンのような動力を持続的に発生させるものを指してアクチュエータとは呼ばない。

おもなアクチュエータは基本的にエネルギーを与えることで運動を発生させるが、何らかの装置に組み込む場合は電気的な信号によって制御できるようにするなど、制御機構に組み込まれる。制御方式は利用されるエネルギーの種類やアクチュエータ自身の用途にも抛り様々で、単純な開閉器 (スイッチ) やバルブによるもの、或いはそこからハンドルやレバーといった操作部分に連結しているもの、更には大きな力を発生させるアクチュエータを動作させるために動力伝達装置の開閉器に取り付けられた小型のアクチュエータなど、様々な利用のされ方がある

触覚センサ

触覚とは、狭義には生物が体表に機械的な刺激を受けたことを感受する感覚であるが、広義には接触到に伴って生ずる感覚; 圧覚、力覚, 温覚、冷覚、痛覚、固い・柔らかいなどの弾性特性認識、つるつる・ざらざらなどの表面形状認識、なども含められる。人間の皮膚はこれらすべてを高感度で知覚できる。すなわち、人間の手は、優れたアクチュエータであると同時に、優れた触覚センシング特性 (皮膚感覚) を持っている。

最近、この人間の優れた皮膚感覚を材料機能として具現化しようとする研究が精力的に行われるようになってきた。このような皮膚感覚を持っている機能材料は触覚センサと言う。既存の触覚センサは、静電容量型、 piezo抵抗型、光学型、歪ゲージ型など、種々の方式がある。

近接センサ

近接センサとは、リミットスイッチやマイクロスイッチなどの機械式スイッチにかわるもので非接触で検出物体が近づいたことを検出するセンサです。

市販されているおもな近接センサは動作原理の違いにより、次の3つのタイプに大別されます。電磁誘導を利用した高周波発振型、磁石を用いた磁気型、静電容量の変化を利用した静電容量型の3つである。