Thu. Jun 21, 2018

Main Hall

Short oral presentaion | Interactive Session

[INP] Interactive Session, Short Presentation

Session Chair(1):Yusuke Okawa(Chiba University), Satoshi Hasebe(Fuji Xerox Co., Ltd.)
Session Chair(2):Katsuyoshi Hoshino(Chiba University), , Haruo Uyama(TOPPAN PRINTING CO., LTD.)
10:00 AM - 11:36 AM Main Hall (1st Floor, Keyaki Kaikan)

[INP-01f] Formation Process of Gold-Silver Hollow Nanostructure Obtained by Silver Halide Photographic Methods
*Satoshi FURUYA[1], Fumiyuki SHIBA[1], Yusuke OKAWA[1] （1. Chiba University）
10:00 AM - 10:03 AM

[INP-02i] Transparent Electrode of Gravure Offset Printed Fine Silver-Grid Lines Laminated with Conductive Polymer
*Natsuki hashimoto[1], Masato Ohsawa[1] （1. ULVAC,Inc.）
10:03 AM - 10:06 AM

[INP-03p] Gravure Ink for Flexible Food Packaging -The Market and Regulations-
*Hidemaro Uchida[1], Hiroaki Muratake[1] （1. DIC Corporation）
10:06 AM - 10:09 AM

[INP-04f] Direct Formation of One-dimensional Silver Nanostructure on an Electrode with Electrochemical Technique and Photographic Development (3)
*Takuma MIYASHITA[1], Shin SAITO[1], Fumiyuki SHIBA[1], Yusuke OKAWA[1] （1. Chiba University）
10:09 AM - 10:12 AM

[INP-05i] Evaluation of the Friction Properties of Papers against Rubber Rollers - Influence of Paper Lint -
*Yohei Sato[1], Misaki Asada[1], Yosuke Tsukiyama[1], Isami Nitta[1] （1. Niigata University）
10:12 AM - 10:15 AM

[INP-06p] Photo Amphoteric Compounds Generator of 2,4-diaminobenzenesulfonic Acid as Counter Anion
*Takuya Marushige[1], Shigeru Takahara[1] （1. Chiba University）
10:15 AM - 10:18 AM

[INP-07f] Detection of Radiation Using Distribution of Latent Image Specs of Silver Halide Photographic Materials and Plasmon Resonance (3): Decrease of Background Light by the Improvement of Microscope System
*Ken'ichi KUGE[1], Takahiro ADACHI[1], Atsuhiro UMEMOTO[2], Tatsuhiro NAKA[2], Satoshi KODAIRA[3] （1. Chiba University, 2. Nagoya University, 3. QST）
10:18 AM - 10:21 AM

[INP-08i] Evaluation of the Powder Adhesion Amounts by Laser Microscope with Wide Field of View - Real Contact Areas of Rubber Rollers -
*Tetsuya Tsumori[1], Keisuke Kato[1], Yosuke Tsukiyama[1], Isami Nitta[1] （1. Niigata University）
10:21 AM - 10:24 AM

[INP-09p] Development of Porous Metal Foil and Its Application
*Hirokazu Sawada[1], Jyunji Kawaguchi[1] （1. Fujifilm Corporation）
10:24 AM - 10:27 AM

[INP-10f] Development of Nuclear Emulsion with Silver-bromide Crystals Introduced Edge Dislocation
*Akira NISHIO[1], Kunihiro MORISHIMA[1], Mitsuaki KUNO[1], Yuta MANABE[1], Nobuko KITAGAWA[1], Ken-ichi KUWABARA[1], Tetsuo YOSHIDA[1] （1. Nagoya University）
10:27 AM - 10:30 AM

[INP-11i] Color Mixture of Interference Color by Niobium Oxide Thin Film Using Photolithography.
*Yuta Abe[1], Isao Komatsu[1], Shuichi Maeda[1] （1. Tokai University）
10:30 AM - 10:33 AM

[INP-12p] Drying and Curling of Thin Liquid Films with Photo-curing Reactions: a Confocal Raman Spectroscopy
*Hirokazu Yoshihara[1], Masato Yamamura[1] （1. Dai Nippon Printing Co., Ltd.）
10:33 AM - 10:36 AM

[INP-13f] Searching the Nuclear Emulsion’s Supporting Base for Improvement of Detector Performance
*Yuta MANABE[1], Kunihiro MORISHIMA[1], Nobuko KITAGAWA[1], Akira NISHIO[1], Mitsuaki KUNO[1] （1. Nagoya University）
10:36 AM - 10:39 AM

[INP-14i] Crystal Form Transitions accompanied by redox reactions in Copper Phthalocyanine Films Prepared by the Micellar Disruption Method
*Yuta Kato[1], Yumi Miyara[1], Katsuyoshi Hoshino[1] （1.

Chiba University)
10:39 AM - 10:42 AM

[INP-15i] Jet Velocity Control Method Using PVA Gel for a New Ink-jet Generator
*Mao Maeshima[1], Hajime Onuki[1], Chihiro Kurihara[1], Akihito Kiyama[1], Yoshiyuki Tagawa[1] (1. Tokyo University of Agriculture and Technology)
10:54 AM - 10:57 AM

[INP-16i] Volumetric 3D Display System using Rotating Screen
-Improvement of Visibility of 3D Image-
*Ken Muto[1], Makoto Omodani[1], Chiemi Fujikawa[1] (1. Tokai University)
10:57 AM - 11:00 AM

[INP-17p] Loss of Folding Endurance of Book Paper by Aged Deterioration of Books and its Causes
*Yukiko Mochizuki[1], Toshiharu Enomae[1] (1. Tsukuba University)
11:00 AM - 11:03 AM

[INP-18i] Evaluation of Electrical Circuit Structure of Powder Electroluminescent Device on Paper Substrate
*Naoki Takeda[1], Toshifumi Satoh[1] (1. Tokyo Polytechnic University)
11:03 AM - 11:06 AM

[INP-19f] Inside Imaging of Kasuga Tumulus by Muon-radiography
*Katsumi ISHIGURO[1], Kiyohide SAITO[1], Masahiko HIRATA[2], Mitsuhiro NAKAMURA[3], Kunihiro MORISHIMA[3], Akira NISHIO[3] (1. Archaelogical institute of Kashihara, Nara prefecture, 2. Ikaruga-cho Board of Education, 3. Nagoya University)
11:06 AM - 11:09 AM

[INP-20p] Proposal of Integrated Analysis System for Retinal Fundus Images and Classification of Retinal Areas Using Spatial Frequency
*Toshio Modegi[1] (1. Dai Nippon Printing Co., Ltd.)
11:09 AM - 11:12 AM

[INP-21i] Enhanced Mobility in Solution-Processed Short-Channel Organic Transistors: Reduction of Contact Resistances using Spin-Coated MoO_3 Injection Layers
*Tomoya Aiba[1], Takashi Nagase[1,2], Takashi Kobayashi[1,2], Yuichi Sadamitsu[3], Hiroyoshi Naito[1,2] (1. Osaka Pref. Univ. , 2. RIMED, 3. Nippon Kayaku Co., Ltd.)
11:12 AM - 11:15 AM

[INP-22f] Improvement of Brightness for Color Images Using Reversible Data Hiding
*Kotoko HIRAOKA[1], Shoko IMAIZUMI[1] (1. Chiba University)
11:15 AM - 11:18 AM

[INP-23p] A Simple Color-vision Test Pattern for Determining the Type and Degree of Color Deficiency
*Masaki Nose[1], Aya Oohira[2], Yoshihiko Azuma[3], Keiji Uchikawa[4] (1. Ricoh Company Ltd., 2. Otake Ganka, 3. Tokyo Polytechnic University, 4. Kanagawa Institute of Technology)
11:18 AM - 11:21 AM

[INP-24i] Charge Transport Properties of PN Junction Type Organic Semiconductor Film Analyzed by AC Impedance Spectroscopy
*Eisuke Minamida[1], Kazuki Nakamura[1], Norihisa Kobayashi[1] (1. Chiba University)
11:21 AM - 11:24 AM

[INP-25f] An Information Embedding Scheme with Resilience against Clipping Attacks
*Saori MORINAGA[1], Shoko IMAIZUMI[1] (1. Chiba University)
11:24 AM - 11:27 AM

[INP-26i] The RU-518 New Relay Unit: Improvement on Decurling Ability and Adjustability.
*Akira Tsunoda[1] (1. KONICA MINOLTA,INC.)
11:27 AM - 11:30 AM

[INP-27f] A Study on Calotype in the Dawn of Japanese Photography Ⅱ
- The Translated Book of Calotype Tecnique in Shimazu Historical Materials -
*Chihoko ANDO[1], Masashi IWASAKI[1] (1. Kyoto Institute of Technology)
11:30 AM - 11:33 AM

[INP-28i] Measurement of Dynamic Interfacial Tension with High Time Resolution by Shape Analysis of Collided Microdroplets
*Natsuki Yamaoka[1], Ryohsuke Yokota[1], Taichi Hirano[1], Shujiro Mitani[1], Keiji Sakai[1] (1. The University of Tokyo)
11:33 AM - 11:36 AM

Reception Hall

Short oral presentaion | Interactive Session

[PS] Interactive Session. Poster Presentation

1:00 PM - 4:00 PM Reception Hall (3rd Floor, Keyaki Kaikan)

[INP-01f] Formation Process of Gold-Silver Hollow Nanostructure Obtained by Silver Halide Photographic Methods

*Satoshi FURUYA[1], Fumiyuki SHIBA[1], Yusuke OKAWA[1] （1. Chiba University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-02i] Transparent Electrode of Gravure Offset Printed Fine Silver-Grid Lines Laminated with Conductive Polymer

*Natsuki hashimoto[1], Masato Ohsawa[1] （1. ULVAC,Inc.）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-03p] Gravure Ink for Flexible Food Packaging -The Market and Regulations-

*Hidemaro Uchida[1], Hiroaki Muratake[1] （1. DIC Corporation）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-04f] Direct Formation of One-dimensional Silver Nanostructure on an Electrode with Electrochemical Technique and Photographic Development (3)

*Takuma MIYASHITA[1], Shin SAITO[1], Fumiyuki SHIBA[1], Yusuke OKAWA[1] （1. Chiba University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-05i] Evaluation of the Friction Properties of Papers against Rubber Rollers - Influence of Paper Lint -

*Yohei Sato[1], Misaki Asada[1], Yosuke Tsukiyama[1], Isami Nitta[1] （1. Niigata University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-06p] Photo Amphoteric Compounds Generator of 2,4-diaminobenzenesulfonic Acid as Counter Anion

*Takuya Marushige[1], Shigeru Takahara[1] （1. Chiba University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-07f] Detection of Radiation Using Distribution of Latent Image Specs of Silver Halide Photographic Materials and Plasmon Resonance (3): Decrease of Background Light by the Improvement of Microscope System

*Ken'ichi KUGE[1], Takahiro ADACHI[1], Atsuhiro UMEMOTO[2], Tatsuhiro NAKA[2], Satoshi KODAIRA[3] （1. Chiba University, 2. Nagoya University, 3. QST）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-08i] Evaluation of the Powder Adhesion Amounts by Laser Microscope with Wide Field of View - Real Contact Areas of Rubber Rollers -

*Tetsuya Tsumori[1], Keisuke Kato[1], Yosuke Tsukiyama[1], Isami Nitta[1] （1. Niigata University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-09p] Development of Porous Metal Foil and Its Application

*Hirokazu Sawada[1], Jyunji Kawaguchi[1] （1. Fujifilm Corporation）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-10f] Development of Nuclear Emulsion with Silver-bromide Crystals Introduced Edge Dislocation

*Akira NISHIO[1], Kunihiro MORISHIMA[1], Mitsuaki KUNO[1], Yuta MANABE[1], Nobuko KITAGAWA[1], Ken-ichi KUWABARA[1], Tetsuo YOSHIDA[1] （1. Nagoya University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-11i] Color Mixture of Interference Color by Niobium Oxide Thin Film Using Photolithography.

*Yuta Abe[1], Isao Komatsu[1], Shuichi Maeda[1] （1. Tokai University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-12p] Drying and Curling of Thin Liquid Films with Photo-curing Reactions: a Confocal Raman Spectroscopy

*Hirokazu Yoshihara[1], Masato Yamamura[1] （1. Dai Nippon Printing Co., Ltd.）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-13f] Searching the Nuclear Emulsion’ s Supporting Base for Improvement of Detector Performance

*Yuta MANABE[1], Kunihiro MORISHIMA[1], Nobuko KITAGAWA[1], Akira NISHIO[1], Mitsuaki KUNO[1] （1. Nagoya University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-14i] Crystal Form Transitions Accompanied by Redox Reactions in Copper Phthalocyanine Films Prepared by the Micellar Disruption Method

*Yuta Kato[1], Yumi Miyara[1], Katsuyoshi Hoshino[1] （1. Chiba University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-15i] Jet Velocity Control Method Using PVA Gel for a New Ink-jet Generator

*Mao Maeshima[1], Hajime Onuki[1], Chihiro Kurihara[1], Akihito Kiyama[1], Yoshiyuki Tagawa[1] （1. Tokyo

University of Agriculture and Technology)
1:00 PM - 4:00 PM

[INP-16i] Volumetric 3D Display System using Rotating Screen
-Improvement of Visibility of 3D Image-
*Ken Muto[1], Makoto Omodani[1], Chiemi Fujikawa[1] (1. Tokai University)
1:00 PM - 4:00 PM

[INP-17p] Loss of Folding Endurance of Book Paper by Aged Deterioration of Books and its Causes
*Yukiko Mochizuki[1], Toshiharu Enomae[1] (1. Tsukuba University)
1:00 PM - 4:00 PM

[INP-18i] Evaluation of Electrical Circuit Structure of Powder Electroluminescent Device on Paper Substrate
*Naoki Takeda[1], Toshifumi Satoh[1] (1. Tokyo Polytechnic University)
1:00 PM - 4:00 PM

[INP-19f] Inside Imaging of Kasuga Tumulus by Muon-radiography
*Katsumi ISHIGURO[1], Kiyohide SAITO[1], Masahiko HIRATA[2], Mitsuhiro NAKAMURA[3], Kunihiro MORISHIMA[3], Akira NISHIO[3] (1. Archaelogical institute of Kashihara, Nara prefecture, 2. Ikaruga-cho Board of Education, 3. Nagoya University)
1:00 PM - 4:00 PM

[INP-20p] Proposal of Integrated Analysis System for Retinal Fundus Images and Classification of Retinal Areas Using Spatial Frequency
*Toshio Modegi[1] (1. Dai Nippon Printing Co., Ltd.)
1:00 PM - 4:00 PM

[INP-21i] Enhanced Mobility in Solution-Processed Short-Channel Organic Transistors: Reduction of Contact Resistances using Spin-Coated MoO_3 Injection Layers
*Tomoya Aiba[1], Takashi Nagase[1,2], Takashi Kobayashi[1,2], Yuichi Sadamitsu[3], Hiroyoshi Naito[1,2] (1. Osaka Pref. Univ. , 2. RIMED, 3. Nippon Kayaku Co., Ltd.)
1:00 PM - 4:00 PM

[INP-22f] Improvement of Brightness for Color Images Using Reversible Data Hiding
*Kotoko HIRAOKA[1], Shoko IMAIZUMI[1] (1. Chiba University)
1:00 PM - 4:00 PM

[INP-23p] A Simple Color-vision Test Pattern for Determining the Type and Degree of Color Deficiency
*Masaki Nose[1], Aya Oohira[2], Yoshihiko Azuma[3], Keiji Uchikawa[4] (1. Ricoh Company Ltd., 2. Otake Ganka, 3. Tokyo Polytechnic University, 4. Kanagawa Institute of Technology)
1:00 PM - 4:00 PM

[INP-24i] Charge Transport Properties of PN Junction Type Organic Semiconductor Film Analyzed by AC Impedance Spectroscopy
*Eisuke Minamida[1], Kazuki Nakamura[1], Norihisa Kobayashi[1] (1. Chiba University)
1:00 PM - 4:00 PM

[INP-25f] An Information Embedding Scheme with Resilience against Clipping Attacks
*Saori MORINAGA[1], Shoko IMAIZUMI[1] (1. Chiba University)
1:00 PM - 4:00 PM

[INP-26i] The RU-518 New Relay Unit: Improvement on Decurling Ability and Adjustability.
*Akira Tsunoda[1] (1. KONICA MINOLTA,INC.)
1:00 PM - 4:00 PM

[INP-27f] A Study on Calotype in the Dawn of Japanese Photography Ⅱ
- The Translated Book of Calotype Tecnique in Shimazu Historical Materials -
*Chihoko ANDO[1], Masashi IWASAKI[1] (1. Kyoto Institute of Technology)
1:00 PM - 4:00 PM

[INP-28i] Measurement of Dynamic Interfacial Tension with High Time Resolution by Shape Analysis of Collided Microdroplets
*Natsuki Yamaoka[1], Ryohsuke Yokota[1], Taichi Hirano[1], Shujiro Mitani[1], Keiji Sakai[1] (1. The University of Tokyo)
1:00 PM - 4:00 PM

Short oral presentaion | Interactive Session

[INP] Interactive Session, Short Presentation

Joint Session of ISJ, SPIJ and JSPST

Session Chair(1):Yusuke Okawa(Chiba University), Satoshi Hasebe(Fuji Xerox Co., Ltd.)

Session Chair(2):Katsuyoshi Hoshino(Chiba University), , Haruo Uyama(TOPPAN PRINTING CO., LTD.)

Thu. Jun 21, 2018 10:00 AM - 11:36 AM Main Hall (1st Floor, Keyaki Kaikan)

The tailing code means; i=ISJ, f=SPIJ, p=JSPST

[INP-01f] Formation Process of Gold-Silver Hollow Nanostructure Obtained by Silver Halide Photographic Methods

*Satoshi FURUYA[1], Fumiyuki SHIBA[1], Yusuke OKAWA[1] （1. Chiba University）

10:00 AM - 10:03 AM

[INP-02i] Transparent Electrode of Gravure Offset Printed Fine Silver-Grid Lines Laminated with Conductive Polymer

*Natsuki hashimoto[1], Masato Ohsawa[1] （1. ULVAC,Inc.）

10:03 AM - 10:06 AM

[INP-03p] Gravure Ink for Flexible Food Packaging -The Market and Regulations-

*Hidemaro Uchida[1], Hiroaki Muratake[1] （1. DIC Corporation）

10:06 AM - 10:09 AM

[INP-04f] Direct Formation of One-dimensional Silver Nanostructure on an Electrode with Electrochemical Technique and Photographic Development (3)

*Takuma MIYASHITA[1], Shin SAITO[1], Fumiyuki SHIBA[1], Yusuke OKAWA[1] （1. Chiba University）

10:09 AM - 10:12 AM

[INP-05i] Evaluation of the Friction Properties of Papers against Rubber Rollers - Influence of Paper Lint -

*Yohei Sato[1], Misaki Asada[1], Yosuke Tsukiyama[1], Isami Nitta[1] （1. Niigata University）

10:12 AM - 10:15 AM

[INP-06p] Photo Amphoteric Compounds Generator of 2,4-diaminobenzenesulfonic Acid as Counter Anion

*Takuya Marushige[1], Shigeru Takahara[1] （1. Chiba University）

10:15 AM - 10:18 AM

[INP-07f] Detection of Radiation Using Distribution of Latent Image Specs of Silver Halide Photographic Materials and Plasmon Resonance (3): Decrease of Background Light by the Improvement of Microscope System

*Ken'ichi KUGE[1], Takahiro ADACHI[1], Atsuhiro UMEMOTO[2], Tatsuhiro NAKA[2], Satoshi KODAIRA[3] （1. Chiba University, 2. Nagoya University, 3. QST）

10:18 AM - 10:21 AM

[INP-08i] Evaluation of the Powder Adhesion Amounts by Laser Microscope with Wide Field of View
- Real Contact Areas of Rubber Rollers -

*Tetsuya Tsumori[1], Keisuke Kato[1], Yosuke Tsukiyama[1], Isami Nitta[1] （1. Niigata University）

10:21 AM - 10:24 AM

[INP-09p] Development of Porous Metal Foil and Its Application

*Hirokazu Sawada[1], Jyunji Kawaguchi[1] （1. Fujifilm Corporation）

10:24 AM - 10:27 AM

[INP-10f] Development of Nuclear Emulsion with Silver-bromide Crystals Introduced Edge Dislocation

*Akira NISHIO[1], Kunihiro MORISHIMA[1], Mitsuaki KUNO[1], Yuta MANABE[1], Nobuko KITAGAWA[1], Ken-ichi KUWABARA[1], Tetsuo YOSHIDA[1] （1. Nagoya University）

10:27 AM - 10:30 AM

[INP-11i] Color Mixture of Interference Color by Niobium Oxide Thin Film Using Photolithography.

*Yuta Abe[1], Isao Komatsu[1], Shuichi Maeda[1] （1. Tokai University）

10:30 AM - 10:33 AM

[INP-12p] Drying and Curling of Thin Liquid Films with Photo-curing Reactions: a Confocal Raman Spectroscopy

*Hirokazu Yoshihara[1], Masato Yamamura[1] （1. Dai Nippon Printing Co., Ltd.）

10:33 AM - 10:36 AM

[INP-13f] Searching the Nuclear Emulsion’ s Supporting Base for Improvement of Detector Performance

*Yuta MANABE[1], Kunihiro MORISHIMA[1], Nobuko KITAGAWA[1], Akira NISHIO[1], Mitsuaki KUNO[1] （1. Nagoya University）

10:36 AM - 10:39 AM

[INP-14i] Crystal Form Transitions accompanied by redox reactions in Copper Phthalocyanine Films Prepared by the Micellar Disruption Method

*Yuta Kato[1], Yumi Miyara[1], Katsuyoshi Hoshino[1] （1. Chiba University）

10:39 AM - 10:42 AM

[INP-15i] Jet Velocity Control Method Using PVA Gel for a New Ink-jet Generator

*Mao Maeshima[1], Hajime Onuki[1], Chihiro Kurihara[1], Akihito Kiyama[1], Yoshiyuki Tagawa[1] （1. Tokyo University of Agriculture and Technology）

10:54 AM - 10:57 AM

[INP-16i] Volumetric 3D Display System using Rotating Screen -Improvement of Visibility of 3D Image-

*Ken Muto[1], Makoto Omodani[1], Chiemi Fujikawa[1] （1. Tokai University）

10:57 AM - 11:00 AM

[INP-17p] Loss of Folding Endurance of Book Paper by Aged Deterioration of Books and its Causes

*Yukiko Mochizuki[1], Toshiharu Enomae[1] （1. Tsukuba University）

11:00 AM - 11:03 AM

[INP-18i] Evaluation of Electrical Circuit Structure of Powder Electroluminescent Device on Paper Substrate

*Naoki Takeda[1], Toshifumi Satoh[1] （1. Tokyo Polytechnic University）

11:03 AM - 11:06 AM

[INP-19f] Inside Imaging of Kasuga Tumulus by Muon-radiography

*Katsumi ISHIGURO[1], Kiyohide SAITO[1], Masahiko HIRATA[2], Mitsuhiro NAKAMURA[3], Kunihiro MORISHIMA[3], Akira NISHIO[3] （1. Archaelogical institute of Kashihara, Nara prefecture, 2. Ikaruga-cho Board of Education, 3. Nagoya University）

11:06 AM - 11:09 AM

[INP-20p] Proposal of Integrated Analysis System for Retinal Fundus Images and Classification of Retinal Areas Using Spatial Frequency

*Toshio Modegi[1] （1. Dai Nippon Printing Co., Ltd.）

11:09 AM - 11:12 AM

[INP-21i] Enhanced Mobility in Solution-Processed Short-Channel Organic Transistors: Reduction of Contact Resistances using Spin-Coated MoO_3 Injection Layers

*Tomoya Aiba[1], Takashi Nagase[1,2], Takashi Kobayashi[1,2], Yuichi Sadamitsu[3], Hiroyoshi Naito[1,2] （1. Osaka Pref. Univ. , 2. RIMED, 3. Nippon Kayaku Co., Ltd.）

11:12 AM - 11:15 AM

[INP-22f] Improvement of Brightness for Color Images Using Reversible Data Hiding

*Kotoko HIRAOKA[1], Shoko IMAIZUMI[1] （1. Chiba University）

11:15 AM - 11:18 AM

[INP-23p] A Simple Color-vision Test Pattern for Determining the Type and Degree of Color Deficiency

*Masaki Nose[1], Aya Oohira[2], Yoshihiko Azuma[3], Keiji Uchikawa[4] （1. Ricoh Company Ltd., 2. Otake Ganka, 3. Tokyo Polytechnic University, 4. Kanagawa Institute of Technology）

11:18 AM - 11:21 AM

[INP-24i] Charge Transport Properties of PN Junction Type Organic Semiconductor Film Analyzed by AC Impedance Spectroscopy

*Eisuke Minamida[1], Kazuki Nakamura[1], Norihisa Kobayashi[1] （1. Chiba University）

11:21 AM - 11:24 AM

[INP-25f] An Information Embedding Scheme with Resilience against Clipping Attacks

*Saori MORINAGA[1], Shoko IMAIZUMI[1] （1. Chiba University）

11:24 AM - 11:27 AM

[INP-26i] The RU-518 New Relay Unit: Improvement on Decurling Ability and Adjustability.

*Akira Tsunoda[1] （1. KONICA MINOLTA,INC.）

11:27 AM - 11:30 AM

[INP-27f] A Study on Calotype in the Dawn of Japanese Photography Ⅱ - The Translated Book of Calotype Tecnique in Shimazu Historical Materials -

*Chihoko ANDO[1], Masashi IWASAKI[1] （1. Kyoto Institute of Technology）

11:30 AM - 11:33 AM

[INP-28i] Measurement of Dynamic Interfacial Tension with High Time Resolution by Shape Analysis of Collided Microdroplets

*Natsuki Yamaoka[1], Ryohsuke Yokota[1], Taichi Hirano[1], Shujiro Mitani[1], Keiji Sakai[1] （1. The University of Tokyo）

11:33 AM - 11:36 AM

10:00 AM - 10:03 AM (Thu. Jun 21, 2018 10:00 AM - 11:36 AM Main Hall)

[INP-01f] Formation Process of Gold-Silver Hollow Nanostructure Obtained by Silver Halide Photographic Methods

*Satoshi FURUYA[1], Fumiyuki SHIBA[1], Yusuke OKAWA[1] (1. Chiba University)

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション

[INP] インタラクティブセッション ショートプレゼンテーション Interactive Session, Short Presentation

2018年6月21日(木) 10:00 〜 11:36 大ホール (けやき会館 一階)

[INP-02i] グラビアオフセット印刷法により形成した微細銀グリッド配線に導電性ポリマーを積層した透明電極 Transparent Electrode of Gravure Offset Printed Fine Silver-Grid Lines Laminated with Conductive Polymer

*橋本 夏樹[1]、大沢 正人[1] （1. 株式会社アルバック）
*Natsuki hashimoto[1], Masato Ohsawa[1] （1. ULVAC,Inc.）

デバイスのフレキシブル化により透明電極にも柔軟性が要求されている。本発表では、フィルム基板上に、銀ナノ粒子インクを用いてグラビアオフセット印刷法により線幅5μmの微細グリッド配線を形成し、さらに、導電性ポリマーを積層した透明電極の特性について報告する。透明電極のシート抵抗および透過率は、配線の充填分画に依存する。配線の充填分画を変化させることにより、シート抵抗は4Ω/□まで低下させることが可能であり、透過率は96%まで上昇させることが可能である。この導電性と透過性は商用のITO透明電極よりも優れた特性であり、光電デバイスに用いるフレキシブルな透明電極として有用である。

We have developed the silver nanoparticle ink and printed invisible fine silver grid lines with 5 μm width on a film substrate by a gravure offset method. Then the grid lines are laminated with a conductive polymer. In optimizing the electrodes of the silver grid lines laminated with the conductive polymer, the transmittance is up to 96% in the visible light region and the sheet resistance is down to 4 Ω/sq. The sheet resistance and transmittance are possible to be tailored by adjusting filling fraction of the electrodes. The transparent electrodes of the silver grid lines laminated with the conductive polymer would have potential applications as a flexible and transparent conductive film in optoelectronic devices.

グラビアオフセット印刷法により形成した微細銀グリッド配線に導電性ポリマーを積層した透明電極

橋本　夏樹*，大沢　正人*

*株式会社アルバック　未来技術研究所

Transparent Electrode of Gravure Offset Printed Fine Silver-Grid Lines Laminated with Conductive Polymer

Natsuki Hashimoto*, and Masato Ohsawa*

*Future Research Laboratory, ULVAC, Inc.

Invisible Ag-grid transparent electrodes with a variety of spacing between the Ag-grid lines of 100, 150, 200, 300, 500 and 1000 μm at a constant line width of the Ag-grid of 5 μm and a constant thickness of the Ag-grid of 0.6 μm have been prepared by a conventional gravure offset printing using our newly developed Ag nanoparticle ink. Then the Ag-grid electrodes were laminated with a poly(3,4-ethylenedioxythiophene):poly(styrenesulfonate) (PEDOT:PSS) layer. In the Ag-grid laminated with PEDOT:PSS electrodes, the transmittance is up to 96% in the visible light region and the sheet resistance is down to 4 Ω/□. The Ag-grid over-coated with PEDOT:PSS electrodes would have potential applications as flexible and transparent conductive films in optoelectronics and photovoltaics.

１．はじめに

透明電極は，有機発光ダイオード(OLED)[1]，太陽電池[2]やディスプレイ[3]などの光電デバイスに欠かせない材料である．現在，最も汎用的に用いられる透明電極としては，インジウム-スズ酸化物(ITO)が挙げられる．しかしながら，ITO 透明電極は，希少元素であるインジウムを用いることや，本質的に脆いという課題がある．このため，将来のフレキシブルな光電デバイスへの適用は困難であると考えられる．

これらの課題を踏まえ，ITO の代替となる透明電極材料として，導電性高分子[4]，カーボンナノチューブ[5]，グラフェン[6]や金属グリッド[7]からなる電極が検討されている．これらの代替電極材料として，特に，金属グリッド配線からなる透明電極が有望視されている．この金属グリッド配線を，印刷法により形成することが可能となれば，製造プロセスがより簡略になり，また，材料の利用効率も高くすることができる．

本研究では，従来の汎用的なグラビアオフセット印刷法により，視認性の低い微細な金属グリッド配線の形成を検討する．これまでに，我々は Ag ナノ粒子インクを用いてグラビアオフセット印刷法により，線幅 5μm の微細な Ag グリッド配線からなる透明電極の形成に成功している[8]．一般に，線幅が 10μm 以下になると人間にとって視認性がなくなることが知られている[9]．

＊〒300-2635 茨城県つくば市東光台 5-9-6
＊5-9-6 Tohkohdai, Tsukuba, Ibaraki, 300-2635, Japan
e-mail:　natsuki_hashimoto@ulvac.com

本研究では，視認性の低い線幅 5μm の微細な Ag グリッド配線よりなる電極を形成し，グリッド配線の間隔を変化させた場合の導電性と光透過性を明らかにするとともに, Ag グリッド配線の配列パターンから算出される導電性と光透過性との比較も行う．

さらに，本研究では，形成した Ag グリッド配線パターン上の全面に，導電性高分子層を積層した．積層した導電性高分子は，ポリスチレンスルホン酸でドープされたポリ(3,4-エチレンジオキシチオフェン)(PEDOT:PSS)である. PEDOT:PSS は有機材料からなる透明電極として最も有望とみなされている[4,10,11]．金属グリッド配線よりなる透明電極では，グリッド配線の厚みに起因する段差の発生は不可避であるが，透明電極にこの段差が存在すると，その上に各種の有機デバイスを構成する有機薄膜層を成膜する際にショート等の欠陥を誘発してしまう．そこで，この段差を緩和するために，本研究では，Ag グリッド配線パターン上の全面に, PEDOT:PSS 層を積層した．

２．実験方法

新規に開発した Ag ナノ粒子インク((株)アルバック製 L-Ag ナノメタルインク)は, 平均粒子径が 10nm 以下の Ag ナノ粒子が低極性の有機溶媒に安定に分散したインクである．本研究では，この Ag ナノ粒子インクの溶媒としてドデシルベンゼンを用いた．この Ag ナノ粒子を 3 本ロールミルにより溶媒中に均一に分散させて Ag ナノ粒子インクを調製し，印刷に供した．調製した Ag ナノ粒子インクの粘度は 2800mPa･s であり, Ag ナノ粒子濃度は 70wt%である．

本研究では，上記の Ag ナノ粒子を用いて汎用的なグラビアオフセット印刷法により，Ag グリッド配線パターンを形成した．グラビアオフセット印刷プロセスの模式図を Fig.1 に示す．グラビアオフセット印刷では，まず，インクタンクから，凹版となるグラビアロールの凹部にインクが充填されるとともに，ブレードにより余分なインクが除去される．その後，グラビアロールの凹版から，シリコンゴム製のブランケットシリンダーにインクが転写される．最後に，ブランケットシリンダーから，インプレッションシリンダーに巻きつけられたフィルム基板にインクが転写される [12]．

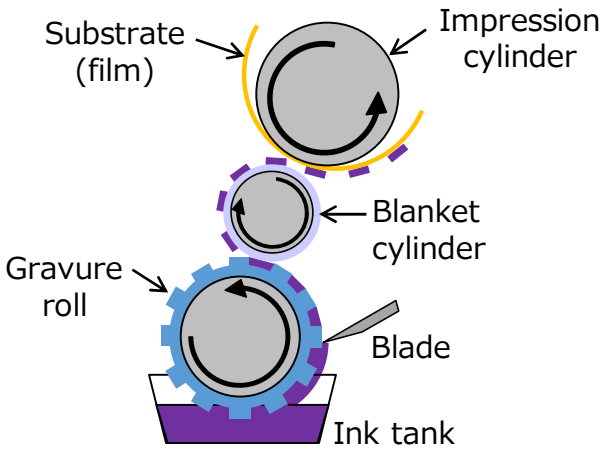


Fig.1 A schematic illustration of gravure offset printing process.

上記の Ag ナノ粒子インクを用いてグラビアオフセット印刷法により，ポリエチレンナフタレート(PEN)基板(厚み 50μm)上に，Ag グリッド配線パターンを印刷し，180℃で 60 分間の焼成を行った．作製した銀グリッド配線は，線幅 W を 5μm で一定とし，グリッド配線間のスペース G を 100, 150, 200, 300, 500 および 1000μm となる正方形の格子状のパターンとした．グリッド配線の厚み d は 0.6μm で一定とした．

その後，形成した Ag グリッド配線パターン上の全面に導電性高分子である PEDOT:PSS の分散液(荒川化学工業製・アラコート AS601D)をアプリケーターにより塗工し，100℃で 1 分間の硬化を行った．

3．結果および考察

3．1　Ag グリッド配線のみからなる透明電極

形成した Ag グリッド配線パターンのグリッドパラメータを Fig.2(a)に示す．グリッドパラメータであるグリッド配線の線幅 W およびグリッド配線間のスペース G は，グリッド配線の厚み d とあわせて，Ag グリッド電極の透過率 T およびシート抵抗 R_g を決めるための重要なパラメータとなる．W，G および d を調整することにより，T および R_g を正確に制御することが可能であり，目的に応じて，透明電極としての最適な性能を設計することができる．一例として，W を 5μm，G を 300μm，d を 0.6μm とした Ag グリッド配線パターンの光学顕微鏡写真を Fig.2(b)に示す．

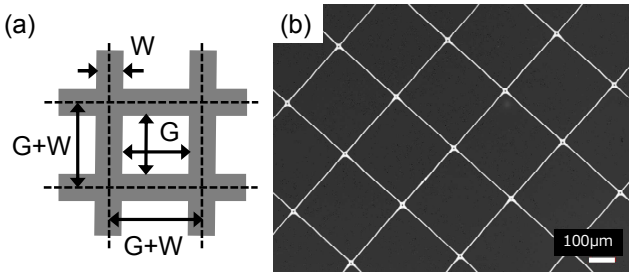


Fig.2 (a) Geometry of the Ag-grid electrode pattern with the Ag-grid parameter leading to the definition of filling fraction, *f*. (b) An optical microscopic image of the Ag-grid electrode with *W* of 5μm and *G* of 300μm.

Ag グリッド配線よりなる透明電極の導電性と光透過性は，基板の表面上での銀配線の充填量に依存する．そこで，配線の充填分画 f を以下の式で定義する．

$$f = W/(G+W) \tag{1}$$

ここで，Fig.2(a)に示すように，W は Ag グリッド配線の線幅であり，G はグリッド配線間のスペースである．

Ag グリッド配線よりなる透明電極の透過率は，幾何光学的な考え方により算出することが可能である [13,14]．透過率は，基板の面積に対して Ag グリッド配線間のスペースの面積がどれだけあるか，すなわち，Ag グリッド配線パターンの開口部の面積率に実質的に等しくなるはずである．基板を含めた Ag グリッド配線よりなる透明電極の透過率を T_{tot} とし，基板のみの透過率を T_{sub} とすると，T_{tot} は以下の式で表される．

$$T_{tot} = T_{sub} \times G^2/(G+W)^2 = T_{sub} \times (1-f)^2 \tag{2}$$

式(2)は，透過率が配線の充填分画 f のみに依存し，グリッド配線の厚み d には依存しないことを示している．本研究では，f が 1 よりも非常に小さい値となるので，式(2)は，以下の式で近似される．

$$T_{tot} / T_{sub} \approx 1-2f \tag{3}$$

本研究では，配線幅 W を 5μm で一定とし，配線間のスペース G を 100，150，200，300，500 および 1000μm の 6 種類のグリッド配線パターンとした．

このときの配線の充填分面 f は，それぞれ，0.048，0.032，0.024，0.016，0.010 および 0.005 となる．

作製した Ag グリッド配線よりなる透明電極の透過率 $T(=T_{tot}/T_{sub})$の実測値と配線の充填分面fとの関係を Fig.3 に示す．

T の値は波長 400～800nm の透過率の平均値とした．本研究で作製した Ag グリッド配線よりなる透明電極の透過率 T は 91～98%の範囲であり，配線の充填分面 f の増大にともない，T が直線的に減少していることがわかる．そこで，T の実測値と f との関係を示す 1 次の回帰直線を算出した．その式を Fig.2 のグラフ中に示す．得られた回帰直線の式は，式(3)に近い値の式となっている．回帰直線の式と式(3)の傾きなどのわずかな違いは，Ag グリッド配線によって引き起こされる光線の散乱に起因する拡散透過によるものと考えられる [15]．

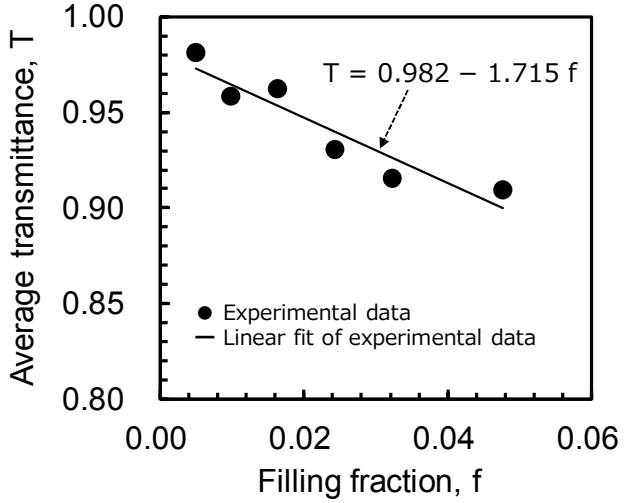


Fig.3 Measured and calculated transmittance of the Ag-grid electrodes as a function of filling fraction.

Ag グリッド配線よりなる透明電極のシート抵抗 R_g は，オームの法則により以下の式で表される [14]．

$$R_g = (\eta\rho/d)\cdot\{(G+W)/W\} = (\eta\rho/d)\cdot(1/f) \qquad (4)$$

ここで，ρ は Ag バルクの比抵抗($1.6\times10^{-6}\Omega\cdot$cm)，$\eta$ は Ag インクの焼成温度や組成に依存する補正係数とする．

本研究で作製した Ag グリッド配線よりなる透明電極のシート抵抗 R_g と配線の充填分面fとの関係を Fig.4 に示す．R_g は 3～27Ω/□の範囲であり，f が増大するにつれて R_g が低くなることがわかる．

本研究で用いた Ag ナノ粒子インクのベタ膜のシート抵抗，すなわち，f が 1 となるときのシート抵抗を R_f とすると，R_f は式(4)により，以下の式で表される．

$$R_f = \eta\rho/d = R_g\cdot f \qquad (5)$$

それぞれの配線の充填分面fのときの R_g の測定結果から，式(5)により R_f を算出した結果，R_f の値は 0.14±0.01Ω/□であった．したがって，式(5)より，R_g と f との関係は以下の式で表される(Fig.2)．

$$R_g = 0.14/f \qquad (6)$$

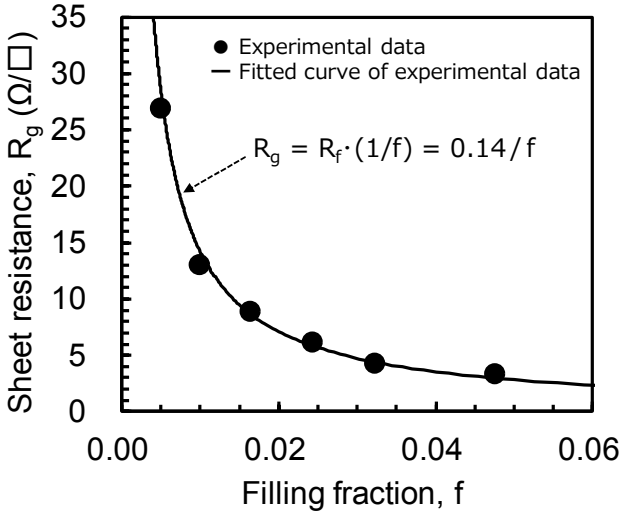


Fig.4 Measured and calculated sheet resistance of the Ag-grid electrodes as a function of the filling fraction.

本研究で作製した Ag グリッド配線の厚み d は 0.6μm で一定とした．本研究で作製した Ag グリッド配線の比抵抗(本研究で用いた Ag ナノ粒子インク膜の焼成後の比抵抗)$\eta\rho$ は，式(5)および式(6)より，$8.5\times10^{-6}\Omega\cdot$cm と算出される．この比抵抗の値はバルク Ag の比抵抗と同じオーダーであり，本研究で用いた Ag ナノ粒子インク膜は優れた導電性を発現していることがわかる．

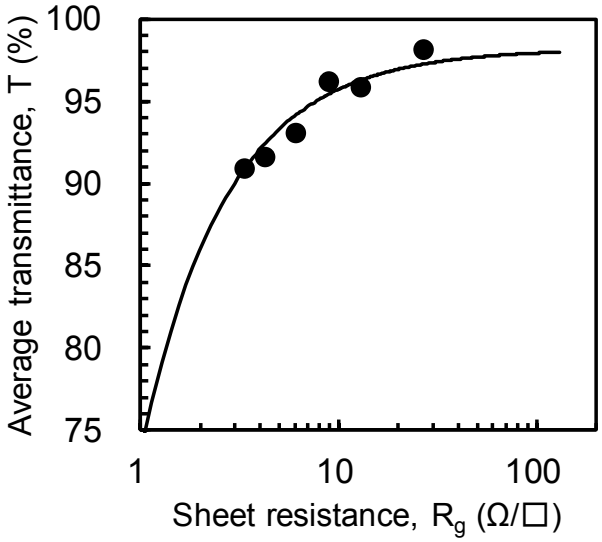


Fig.5 Transmittance versus sheet resistance of the fabricated Ag-grid electrodes.

Ag グリッド配線よりなる透明電極のシート抵抗 R_g と透過率 T との関係を Fig.5 に示す．R_g と T はトレードオフの関係にあり，f が小さくなると T は高い値を示すが，導電性は低下し R_g が増大する．Fig.3 および Fig.4 に示される f と T および f と R_g の関係式から，T と R_g のトレードオフの関係は Fig.5 に示される曲線で表すことができる．

３．２　Ag グリッド配線上の全面に導電性ポリマーを積層した透明電極

さらに本研究では，作製した Ag グリッド配線パターン上の全面に，導電性高分子である PEDOT:PSS 層を積層させた．PEDOT:PSS 層の厚みは 0.3~0.4μm である．PEDOT:PSS 層を積層した Ag グリッド透明電極のシート抵抗 R_g と透過率 T の関係を Fig.6 に示す．この場合，T は 86～96%の範囲となり，また，R_g は 4～22Ω/□の範囲となる．Fig.5 および Fig.6 を比較すると，PEDOT:PSS の積層による R_g の変化はほとんど認められず，また，T の低下は数%にすぎないことがわかる．

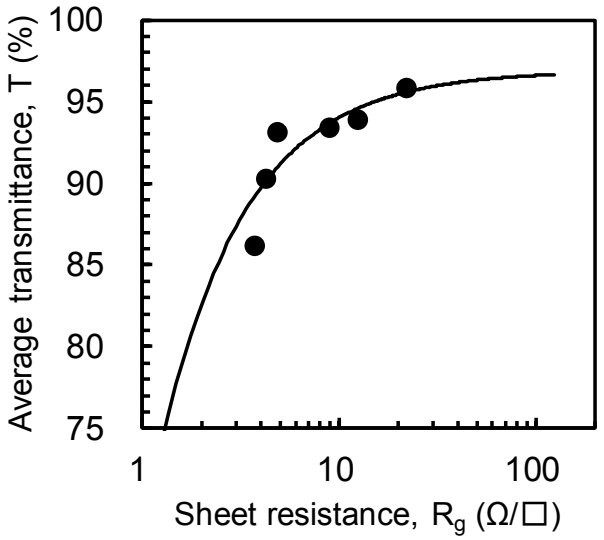


Fig.6 Transmittance versus sheet resistance of the fabricated Ag-grid over-coated with PEDOT:PSS electrodes.

４．結論

新規に開発した Ag ナノ粒子インクを用いて，汎用的なグラビアオフセット印刷法により，線幅 5μm，配線厚さ 0.6μm で一定とし，配線間のスペースを 100～1000μm の範囲で変化させた Ag グリッド配線パターンを形成した．さらに， Ag グリッド配線パターン上の全面に導電性高分子である PEDOT:PSS 層を積層して透明電極を得た．得られる透明電極のシート抵抗は 4Ω/□まで低下させることが可能であり，透過率は 96%まで上昇させることが可能である．なお，シート抵抗と透過率はトレードオフの関係にある．PEDOT:PSS 層の積層によりグリッド配線の段差が抑制されるため，その上に有機薄膜層などを均一に成膜することが可能であろう．

参考文献

1) C. W. Joo, J. Lee, W. J. Sung, J. Moon, N. S. Cho, et al., “ITO/metal/ITO anode for efficient transparent white organic light-emitting diodes”, Jpn. J. Appl. Phys., vol. **54**, pp. 02BC04-1-4 (2015).
2) J. Wu, H. A. Becerril, Z. Bao, Z. Liu, Y. Chen, et al., “Organic solar cells with solution-processed graphene transparent electrodes”, Appl. Phys. Lett., **92**, pp. 263302-1-3 (2008).
3) S. K. Park, J. I. Han, W. K. Kim, and M. G. Kwak, “Deposition of indium–tin-oxide films on polymer substrates for application in plastic-based flat panel displays”, Thin Solid Films, **397**, pp. 49-55 (2001).
4) S. I. Na, S. S. Kim, J. Jo, and D. Y. Kim, “Efficient and flexible ITO-free organic solar cells using high conductive polymer anodes”, Adv. Mater., **20**, pp. 4061-4067 (2008).
5) Z. Wu, X. Chen, X. Du, J. M. Logan, J. Sippel, et al., “Transparent, conductive carbon nanotube films”, Science, **305**, pp. 1273-1276 (2004).
6) X. Wang, L. Zhi, and K. Mullen, “Transparent conductive graphene electrodes for dye-sensitized solar cells”, Nano Lett., **8**, pp. 323-327 (2008).
7) M. G. Kang, M. S. Kim, J. Kim, and L. J. Guo, “Organic solar cells using nanoimprinted transparent metal electrodes”, Adv. Mater., **20**, pp. 4408-4413 (2008).
8) N. Hashimoto, S. Hayashi, and M. Ohsawa, “Invisible silver grid transparent electrodes prepared by gravure offset printing”, The 98th Annual Meeting of The Chemical Society of Japan (2018), 1PC-109.
9) Y. Jang, J. Kim, and D. Byun, “Invisible metal-grid transparent electrode prepared by electrohydrodynamic (EHD) jet printing”, J. Phys. D: Appl. Phys., **46**, pp. 155103-1-5 (2013).
10) M. Glatthaar, M. Niggemann, B. Zimmermann, P. Lewer, M. Riede, et al., “Organic solar cells using inverted layer sequence”, Thin Solid Films, **491**, pp. 298-300 (2005).
11) T. Aernouts, P. Vanlaeke, W. Geens, J. Poortmans, P. Heremans, et al, “Printable anodes for flexible organic solar cell modules”, Thin solid films, **451**, pp. 22-25, (2004).
12) W. X. Huang, S.H. Lee, H. J. Sung, T.M. Lee, and D. S. Kim, “Simulation of liquid transfer between separating walls for modeling micro-gravure-offset printing”, International Journal oh Heat and Fluid Flow, **29**, pp. 1436-1446 (2008).
13) Y. Y. Zhao, M. L. Zheng, X. G. Dong, F. Jin, J. Liu, et al., “Tailored silver grid as transparent electrodes directly wrriten by femtosecond laser”, Appl. Phys. Lett., vol. **108**, pp. 22104-1-5 (2016).
14) D.S. Ghosh, T.L. Chen, and V. Pruneri, “High figure-of merit ultrathin metal transparent electrodes incorporationg a conductive grid”, Appl. Phys. Lett., **96**, pp. 041109-1-3 (2010).
15) H. Wu, L. Hu, M. W. Rowell, D. Kong, J. J. Cha, et al., “Electrospun metal nanofiber webs as high- performance transparent electrode”, Nano Lett., **10**, pp.4242-4248 (2010).

10:06 AM - 10:09 AM (Thu. Jun 21, 2018 10:00 AM - 11:36 AM Main Hall)

[INP-03p] Gravure Ink for Flexible Food Packaging -The Market and Regulations-

*Hidemaro Uchida[1], Hiroaki Muratake[1] （1. DIC Corporation）

10:09 AM - 10:12 AM (Thu. Jun 21, 2018 10:00 AM - 11:36 AM Main Hall)

[INP-04f] Direct Formation of One-dimensional Silver Nanostructure on an Electrode with Electrochemical Technique and Photographic Development (3)

*Takuma MIYASHITA[1], Shin SAITO[1], Fumiyuki SHIBA[1], Yusuke OKAWA[1] （1. Chiba University）

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション
[INP] インタラクティブセッション ショートプレゼンテーション
Interactive Session, Short Presentation
2018年6月21日(木) 10:00 〜 11:36 大ホール (けやき会館 一階)

[INP-05i] ゴムローラに対する紙の摩擦特性 〜 紙粉の影響 〜
Evaluation of the Friction Properties of Papers against Rubber Rollers - Influence of Paper Lint -

*佐藤 陽平[1]、淺田 岬[1]、月山 陽介[1]、新田 勇[1] （1. 新潟大学）
*Yohei Sato[1], Misaki Asada[1], Yosuke Tsukiyama[1], Isami Nitta[1] （1. Niigata University）

紙表面上の紙粉がローラに付着し，紙とゴムローラの摩擦力が低下することによって，紙搬送性能に影響を及ぼしている．印刷用途により様々な紙が存在するため，紙とゴムローラの摩擦特性による紙粉発生の良し悪しを判断する簡便な紙評価手法の開発が重要である．そこで，すべり摩擦試験による紙評価手法の検討を行った．具体的には，給紙性能の判明している4紙を用いて実験を行い，摩擦係数と給紙性能の関係を明らかにした．また，ゴム表面の紙粉付着量の増加に伴って摩擦係数が減少することを実験的に明らかにすることで本手法の妥当性を確認した．本手法を用いて，海外市場における29銘柄を試験した結果も併せて報告する．

Paper lint has an influence on paper feed performance. Paper lint that adhered onto rubber surfaces reduces frictional force between papers and rubber rollers. Development of a simple and easy method evaluating the influence of paper lint on paper feed property is important. We propose a new evaluation method using sliding friction tests between papers and rubber rollers. We experimented the paper whose paper feed performance were already known and clarified the relationships between the frictional properties and paper feed performance. We confirmed that the coefficient of friction decreased with increase in quantity of paper lint adhesion onto rubber surfaces.

ゴムローラに対する紙の摩擦特性 ～ 紙粉の影響 ～

佐藤　陽平*，淺田　岬*，月山　陽介*，**，新田　勇*，**

*新潟大学大学院 自然科学研究科 材料生産システム専攻
**新潟大学 自然科学系（工学部）

Evaluation of the Friction Properties of Papers against Rubber Rollers - Influence of Paper Lint -

Yohei SATO*, Misaki ASADA*, Yosuke TSUKIYAMA*,**, and Isami NITTA*,**

*Advanced Materials Science and Technology, Graduate School of Science and Technology, Niigata University

** Institute of Science and Technology (Engineering), Niigata University

Paper lint has an influence on paper feed performance. Paper lint that adhered onto rubber surfaces reduces frictional force between papers and rubber rollers. Development of a simple and easy method evaluating the influence of paper lint on paper feed property is important. We propose a new evaluation method using sliding friction tests between papers and rubber rollers. We experimented the paper whose paper feed performance were already known and clarified the relationships between the frictional properties and paper feed performance. We confirmed that the coefficient of friction decreased with increase in quantity of paper lint adhesion onto rubber surfaces.

１．はじめに

複合機(MFP)の給紙では高信頼性が求められている．給紙装置においては紙を１枚ずつ取り出すためにゴムローラを使った摩擦分離方式が用いられており，ローラと紙間の摩擦力によって給紙される．複合機における問題の一つとして，給紙不良の問題が挙げられる．給紙不良の発生要因の一つにゴムローラの摩擦係数低下があり，その原因として紙粉（填料などの粉末）の付着が考えられているが，その詳細なメカニズムは明らかになっていない．

また,印刷用途により様々な種類の紙が存在する．この紙種の違いにより給紙不良に及ぼす影響が異なることが経験的に知られている．本研究室における給紙試験では，ゴムと紙の摩擦について，ゴムと紙間の真実接触面に紙粉が介在すると摩擦係数が低下し，紙の代わりにガラスを用いた実験ではゴムへの紙粉付着による真実接触面積減少率と摩擦力減少率は比例関係にあるという報告[1]がある．紙粉が給紙に及ぼす影響については，低コストで簡便な評価装置が求められている．

本研究では，紙粉付着による摩擦係数の低下を指標とした評価方法としてすべり摩擦試験を提案する．給紙性能が判明している４紙を本手法で評価し，紙粉付着量と摩擦特性の関係について明らかにした．また，ゴム表面の紙粉付着量の増加に伴って摩擦係数が減少することを実験的に明らかにすることで本手法の妥当性を確認した．加えて，海外市場における 29 紙を評価した結果も報告する．

＊〒950-2181 新潟県新潟市西区五十嵐２の町 8050 番地
＊8050, Ikarashi 2-nocho, Nishi-ku, Niigata, Niigata, 950-2181, Japan
e-mail: tsukiyama@eng.niigata-u.ac.jp, nitta@eng.niigata-u.ac.jp

２．実験概要

２．１　実験方法

本手法では，回転を抑制したゴムローラを紙に対して 100mm しゅう動させる．評価装置には摩擦試験装置（新東科学株式会社製トライボギア TYPE:14DR）を用いた．概略図を Fig.1 に示す．しゅう動速度は 0.5mm/sec，垂直荷重は 2N で実施した．測定治具の自重はアームの反対側に載せたキャンセル荷重で相殺され，分銅皿に載せた荷重分銅分の垂直荷重のみが試料の接触部にかかる構造になっている．アーム機構の末端には荷重変換器が接続され，移動テーブルが移動を始めるとアームが振れて荷重変換器の先端を引っ張り，摩擦力を伝達し，摩擦係数を算出する．

得られた実験データから摩擦係数変化率Δμ/μを取得した．具体的には，0-20mm の区間の最大摩擦係数をμ，100mm すべらせた時点のμからの変化量をΔμとし，Δμ/μとして算出した．また，一般に紙粉は脱離したセルロース繊維，添加剤，填料などを指すが，本稿では填料として使用される炭酸カルシウム粉に絞った．

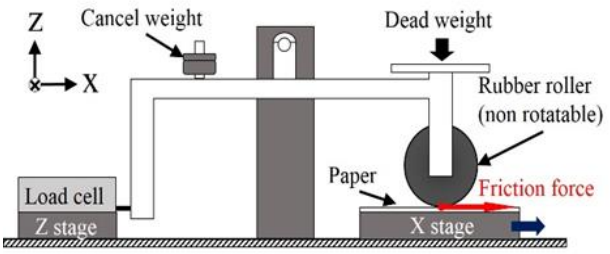


Fig.1 Schematic of friction test apparatus

２．２　試験片

評価に用いるゴムローラの材質はウレタン(U),エチレン-プロピレン(EPDM)(E),シリコーン(S)の３種類のゴムと,それぞれのゴム種で２つのゴム硬度(軟質(s)および硬質(h))を準備した.ゴム表面仕上げは,波上の模様が軸方向にのびる中粗研磨加工，および細かい突起が形成されているシボ加工(ウレタンのみ，e)を用いた．以下，８種類のゴムローラは Table 1 に示した記号で呼ぶこととする．

評価対象となる紙には，α紙，β紙，γ紙，δ紙の順で給紙不良が発生しやすいことが判明している 4 紙を用いた．また，本手法を用いて，海外市場における販売実績をもとに抽出した海外製の用紙 29 銘柄を評価した．

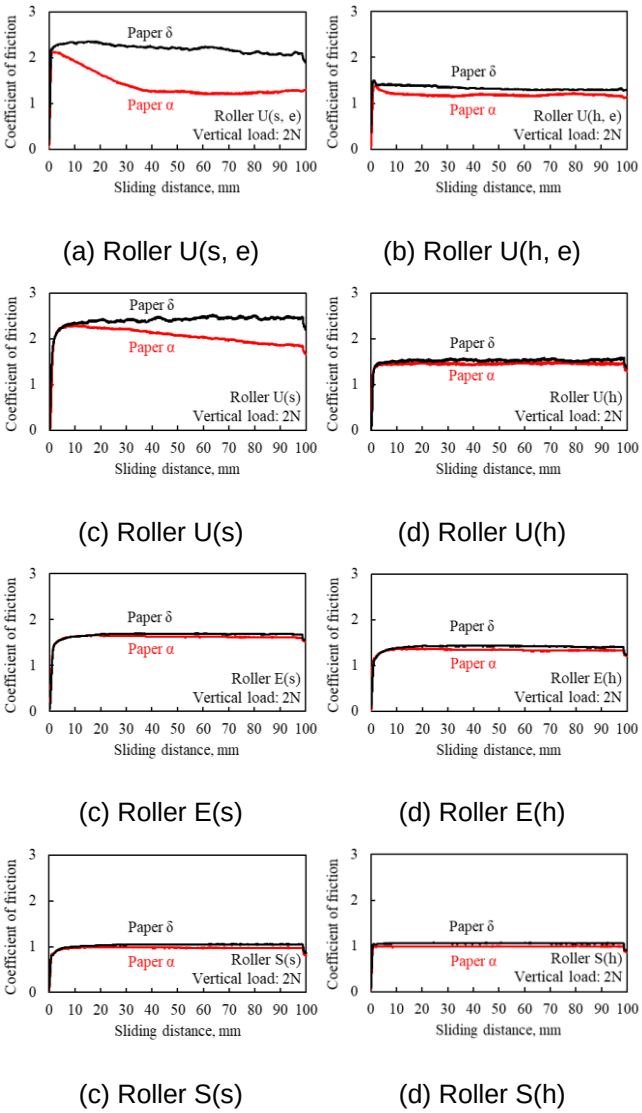
３．実験結果および考察

まず，給紙後のゴムローラ表面に付着している炭酸カルシウムの量を比較するため，ゴムの主成分である炭素に対するカルシウムの割合を SEM/EDX による元素分析を実施した.結果を Fig.3 に示す.α紙，β紙，γ紙，δ紙の順に給紙による紙粉付着が多いことがわかった．

この結果から最も差が生じると予想されるα紙とδ紙の２紙に対して，ローラ８種を用いて実施したすべり摩擦試験結果の例を Fig.3 に示す．すべり距離に伴って摩擦が減少し，且つ２紙の差を最も示したのはローラ U(s, e)，すなわちウレタン軟質シボ形状のゴムであった．また，摩擦係数変化率とα紙とδ紙の差をまとめ，Fig.4 に示す．この結果からも，ウレタン軟質シボ形状が２紙における紙粉の差を最も感度良く検出できると考えられる．

Table 1 Classification table of rubber rollers

		Surface shape	
		Abrasion pattern	Emboss pattern
Hardness	Soft	U(s)	U(s, e)
		E(s)	
		S(s)	
	Hard	U(h)	U(h, e)
		E(h)	
		S(h)	



(a) Roller U(s, e)　(b) Roller U(h, e)

(c) Roller U(s)　(d) Roller U(h)

(c) Roller E(s)　(d) Roller E(h)

(c) Roller S(s)　(d) Roller S(h)

Fig.3 Coefficient of friction of rubber rollers slid against paper α and δ

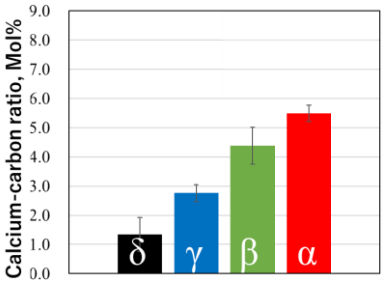


Fig.2 Calcium-carbon ratio of the rubber surface after paper feed analyzed by SEM/EDX

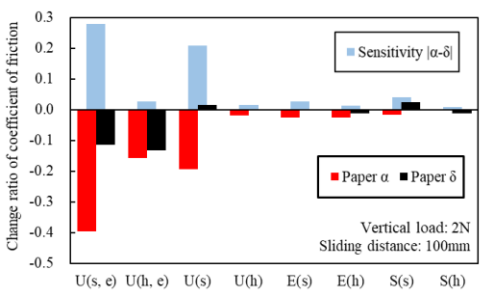


Fig.4 Change ratio of coefficient of friction of rubber rollers slid against paper α and δ

ウレタン軟質シボ形状のゴムローラであるローラU(s, e)を用いて，4紙を評価した結果は，Fig.5に示すように，Fig.2 の給紙試験における紙粉付着量と同じ紙種の序列となった．

次に，すべり摩擦試験前後において，紙の代わりにガラスをゴムローラに接触させて接触部観察を実施し，真実接触面積を測定した．観察には広視野且つ高解像度の画像を取得できる広視野レーザ顕微鏡[2]を用いた．仕様をTable 2に示す．3回の観察で接触面全体を観察し，得られた観察画像にモード法で2値化処理を施し,3枚の画像の黒ピクセル数から真実接触面積を算出した．最も差が生じると予想されるα紙およびδ紙の2紙について，真実接触面積とその変化率をそれぞれFig.6およびFig.7に示す．α紙のほうがδ紙よりも真実接触面積変化率が大きいため紙粉付着量が多い．本研究室における給紙試験後のゴムローラの真実接触面積測定結果[1]より，紙粉付着により1000枚以下の給紙でゴム接触部のほとんどは，ゴムより摩擦係数の小さい紙粉や紙粉を含んだゴム摩耗粒子接触に置換することが判明している．さらに，紙粉付着量の多い紙ほど真実接触面積や摩擦係数を減少させやすい傾向にあり，ゴム接触部面積が減少することで摩擦係数が減少すると考えられる．すべり摩擦試験では，給紙試験と同様に，紙種の違いによってローラ表面への紙粉付着量が異なるため，ローラと紙の接触部の摩擦係数が異なり，摩擦係数減少の仕方に違いが生じると考えられる．

さらに，最も紙粉付着量の多いα紙に対するすべり摩擦試験において，すべり距離に対するゴム表面の変化をSEMにより観察した．100mmすべり摩擦試験後のゴムローラ表面画像をFig.8に示す．試験面において，摩擦方向と直角に周期的な突起アブレージョンパターンの発生を確認できた．すべり距離を短くしアブレージョンパターンを観察したところ，摩擦係数の減少に伴って，アブレージョンパターンが発生，成長していることがわかった．本研究室における給紙試験後のゴムローラ表面観察では，同様に100枚以下の給紙によるゴム表面でのアブレージョンパターンの発生を確認している．また，紙種の違いによってアブレージョンパターンの発生の仕方が異なることもわかっている.すべり摩擦試験では，給紙試験と同様に，紙種の違いによってゴム表面のアブレージョンパターンの発生の度合いが異なるため，摩擦係数減少の仕方に違いが生じると考えられる．ただし，紙粉の介在によるゴム表面の摩耗も影響すると考えられるため，紙粉が摩擦摩耗に及ぼす影響メカニズムを明らかにすることが今後の課題である．

Table 2 Specifications of laser microscope

Laser source	Laser diode (650nm)
Field of view (Plane), mm^2	10×8
Resolution, μm	2.5
Number of pixels, pixels	20000×16000
Scan rate, Lines/min	9000

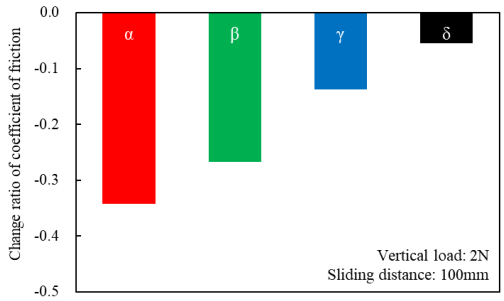


Fig.5 Change ratio of coefficient of friction of rubber roller U (s, e) slid against paper α, β, γ and δ

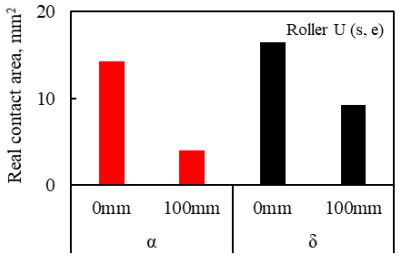


Fig.6 Real contact area of rubber roller U (s, e) slid against paper α and δ

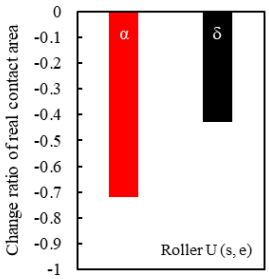


Fig.7 Change ratio of real contact area of rubber roller U (s, e) slid against paper α and δ

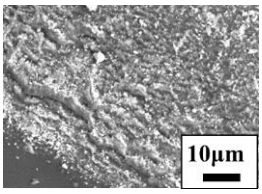


Fig.8 Rubber roller U (s, e) surface after sliding friction tests with paper α

次に,海外市場の 29 紙を本手法によって評価した.紙 29 種はそれぞれ第 1 紙から第 29 紙と呼ぶこととする.紙 29 種のうち,第 13 紙は給紙不良が少なく,第 28 紙は多いことが経験的に知られている．第 13 紙と第28紙のすべり摩擦試験の結果をFig.9に示す.第 13 紙は摩擦係数が減少しないのに対し，第 28 紙は徐々に減少することがわかった.第 13 紙は紙粉付着量が少ないのに対し,第 28 紙は紙粉付着量が徐々に増加し，紙とゴムローラ間の摩擦係数を減少させたと考えられる.ゆえに,すべり摩擦試験を用いた,海外紙の紙粉付着量の予測は可能であると考える.全 29 紙のすべり摩擦試験から摩擦係数変化率を測定した結果を，給紙性能が判明している 4 紙の結果と合わせて Fig.10 に示す.グラフ内右端の緑の棒グラフで示すβ紙と比較すると，大部分は摩擦係数変化率が小さいが，同程度に摩擦係数が減少するものが数銘柄あることがわかった．紙粉付着が給紙に影響する度合いが大きいと考えられる.

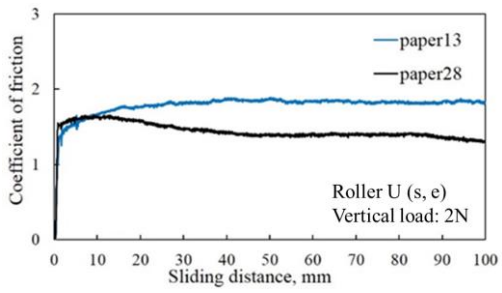


Fig.9 Coefficient of friction of rubber roller U (s, e) slid against paper 13 and 28

４．結言

複合機の給紙性能に影響する紙粉付着の影響を評価する手法の開発を目的として，紙とゴムローラ間のすべり摩擦特性を調査した．すべり摩擦試験における摩擦係数と真実接触面積の測定，ゴムローラの表面観察を行い，給紙試験との比較をし，以下の結言を得た.

(1)　給紙性能が判明している 4 紙を用いたところ,紙種の序列が本手法でも同様であったことから，本手法には一定の妥当性があると考えられる
(2)　本手法における最適ローラ条件は,ウレタン軟質シボ形状であることがわかった
(3)　真実接触面積の減少によって摩擦係数が低下するメカニズムを,すべり摩擦試験でも確認できた.
(4)　海外市場の 29 紙の評価結果では,数種類の銘柄が給紙に対する紙粉の影響が大きいと推測できた.

謝辞

本研究は㈱電通国際情報サービス,㈱ISID エンジニアリングおよび MFP コンソーシアムの支援・協力により行った．この場を借りて感謝申し上げる.

参考文献

1) Y. Tsukiyama, Y. Sato, K. Kato, I. Nitta : Frictional Property and Real Contact Area of Contaminated Rubber Rollers for Paper Feed, Proceedings of ICMDT2017, (2017) 220.
2) I. Nitta, A. Kanno, M. Okamoto, Y. Nagaoka : Study of a New Type of Laser Microscope with Wide Field of View Using a Shrink Fitter, Precision Engineering Journal, 73(11), pp. 1226-1232 (2007)

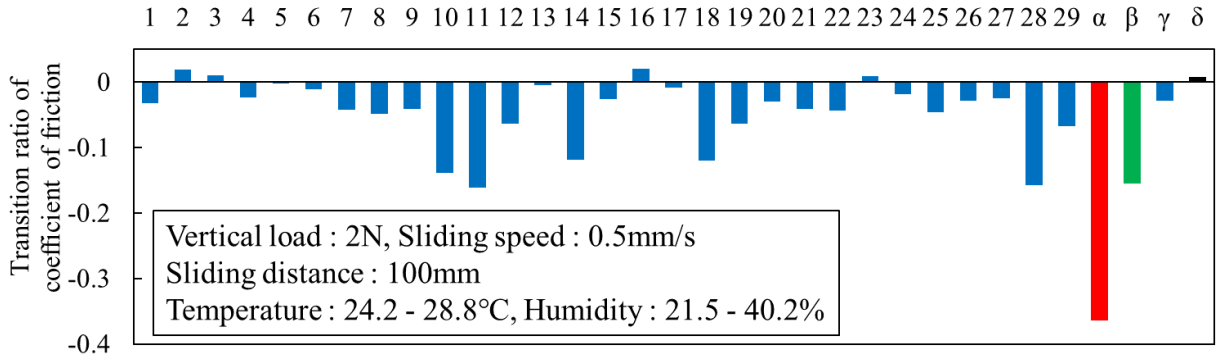


Fig.10 Change ratio of coefficient of friction of rubber roller U (s, e) slid against 29 commercial papers in oversea market

10:15 AM - 10:18 AM (Thu. Jun 21, 2018 10:00 AM - 11:36 AM Main Hall)

[INP-06p] Photo Amphoteric Compounds Generator of 2,4-diaminobenzenesulfonic Acid as Counter Anion

*Takuya Marushige[1], Shigeru Takahara[1] （1. Chiba University）

10:18 AM - 10:21 AM (Thu. Jun 21, 2018 10:00 AM - 11:36 AM Main Hall)

[INP-07f] Detection of Radiation Using Distribution of Latent Image Specs of Silver Halide Photographic Materials and Plasmon Resonance (3): Decrease of Background Light by the Improvement of Microscope System

*Ken'ichi KUGE[1], Takahiro ADACHI[1], Atsuhiro UMEMOTO[2], Tatsuhiro NAKA[2], Satoshi KODAIRA[3] （1. Chiba University, 2. Nagoya University, 3. QST）

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション
[INP] インタラクティブセッション ショートプレゼンテーション
Interactive Session, Short Presentation
2018年6月21日(木) 10:00 〜 11:36 大ホール (けやき会館 一階)

[INP-08i] 広視野レーザ顕微鏡による紙粉付着量の評価 〜ゴムローラの真実接触面観察〜 Evaluation of the Powder Adhesion Amounts by Laser Microscope with Wide Field of View - Real Contact Areas of Rubber Rollers -

*津守 哲矢[1]、加藤 桂介[1]、月山 陽介[1]、新田 勇[1] （1. 新潟大学）
*Tetsuya Tsumori[1], Keisuke Kato[1], Yosuke Tsukiyama[1], Isami Nitta[1] （1. Niigata University）

プリンタ等の紙詰まりは紙搬送用ゴムローラへの紙粉付着が原因とされているが詳細には明らかにされていない．そこで本研究では実際に通紙したゴムローラの表面観察を行い紙粉付着量を広視野レーザ顕微鏡によって可視化し，紙粉付着面積と摩擦に比例関係があることを実験的に明らかにした．また，通紙後のゴムローラ表面を詳細に観察および分析することによりゴムローラ上の紙粉付着量やゴムの摩擦摩耗メカニズムにおよぼす紙粉の影響などを明らかにした．

Paper jams in the printers are caused by the adhesion of paper lint to rubber rollers, but they are not clarified in detail. Therefore, in this study, we observed the surface of rubber roller after paper feeding by wide-field-of-view laser microscope. we visualized the amount of paper lint adhesion and experimentally clarified that the decrease ratio of friction is proportional to the increase ration of paper lint adhesion area. In addition, by observing and analyzing the surface of the rubber roller, amount of paper lint adhesion and its influence on friction and wear was clarified.

広視野レーザ顕微鏡による紙粉付着量の評価
～ゴムローラの真実接触面観察～

津守　哲矢*, 加藤　桂介*, 月山　陽介*,**, 新田　勇*,**

*新潟大学大学院　自然科学研究科　材料生産システム専攻
**新潟大学大学院　自然科学系（工学部）

Evaluation of the Powder Adhesion Amounts by Laser Microscope with Wide Field of View
- Real Contact Areas of Rubber Rollers -

Tetsuya TSUMORI*, Keisuke KATO*, Yosuke TSUKIYAMA*,**, Isami NITTA*,**

* Advanced Materials Science and Technology, Graduate School of Science and Technology, Niigata University

** Institute of Science and Technology (Engineering), Niigata University

One of the main causes of paper jams in the printers is decrease in friction force between rubber rollers and papers by adhesion of paper lint onto rubber surfaces. However, a precise mechanism of the friction decrease is not clear yet. Therefore, in this study, we observed the whole contact interfaces of rubber rollers after paper feeding by a laser microscope with wide field of view. We visualized the amount of paper lint adhesion and experimentally clarified that the friction decrease is proportional to the area of paper lint adhesion. In addition, by observing and analyzing the surface of the rubber roller, influence of paper lint on friction and wear mechanism became clear.

1. はじめに

プリンタなど，紙を扱う機器の問題の一つとして紙詰まりが挙げられる．紙詰まりは紙搬送用ゴムローラの摩擦力低下によって発生し，その主な原因は紙粉付着であると考えられる．しかし，そのメカニズムは詳細にされていない．紙粉付着が摩擦摩耗に及ぼす影響を解明するための計測技術は，紙搬送技術の向上および紙詰まり問題の解決のためのキーテクノロジーといえる．

本研究では紙詰まりの問題解決の１つの手段として，広視野レーザ顕微鏡を用いて通紙前後のゴムローラとガラス板との接触面観察を行った．この手法により真実接触面積 [1)]を定量化し，紙粉が真実接触面積および摩擦特性 [2)]に及ぼす影響と，真実接触面積と摩擦特性の関係を明らかにした．また，通紙後のゴムローラ表面を詳細に観察および分析することにより，ゴムローラ上の紙粉付着量やゴムの摩擦摩耗メカニズムにおよぼす紙粉の影響などを明らかにした．

2. 実験概要

2. 1　装置概要

本研究で使用した広視野レーザ顕微鏡の概略図を図１に，主な仕様を表１に示す.この装置は走査範囲全域で微小なレーザスポットを維持できるため，視野は広く，視野全域において横方向分解能の高い観察が可能である．観察用ジグを用いてゴムローラをガラス板に一定荷重で押し付け，接触面の観察を行った．また，接触面観察後はトルクゲージを用いて巨視すべりが生じる負荷トルクを計測し，摩擦係数μを測定した．

2. 2　試験片

材質，硬度，表面形状の異なるゴムローラ７種を用いた．材質はウレタン(U)，エチレン-プロピレン(E)，シリコ

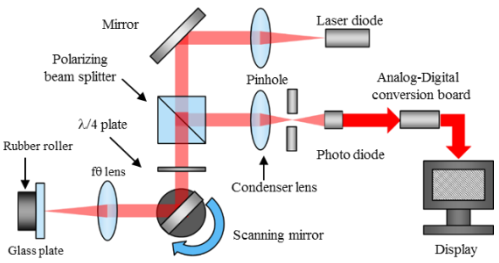


Fig.1 Schematic of wide field of view laser microscope

Table.1 Specifications of wide-field-of-view laser microscope

Laser source	Laser diode (650nm)
Field of view (plane), mm×mm	10×8
Resolution, μm	2.5
Number of pixels, pixels	20000×16000
Scan rate, lines/min	9000

＊〒950-2181 新潟県新潟市西区五十嵐２の町 8050 番地
＊8050 , Ikarashi 2-nocho, Nishi-ku, Niigata, Niigata, 950-2181, Japan
e-mail: tsukiyama@eng.niigata-u.ac.jp, nitta@eng.niigata-u.ac.jp

ーン(s)の 3 種，硬度は軟質(Soft)と硬質(Hard)の 2 種，表面形状は波上の模様が軸方向にのびる中粗研磨(Abrasion pattern)，細かい凹凸のあるシボ(Emboss pattern)の 2 種を用意した．以下，各ゴムローラは表 2 に示した記号で呼ぶこととする．

ゴムローラに紙粉を付着させるため，市販の印刷用紙である α 紙，β 紙，γ 紙，δ 紙の 4 種を用いた．本研究において紙粉とは，填料に含まれる炭酸カルシウム($CaCO_3$)の粉末を指す． 4 紙それぞれの特徴を表 3 に示す．

3 実験結果と考察

3.1 紙粉付着面積の定量化

ゴムローラ表面に紙粉が付着することで真実接触面積が減少すると考えられる．紙粉付着面積の定量化を行うために，通紙前後の真実接触面積(Ar)の測定が必要となる．Ar を測定するため，広視野レーザ顕微鏡を用いてゴムローラ-ガラス板間の接触面観察を行った．押し付け荷重は 2N である．通紙前のローラの接触面画像(8bit グレースケール)を図 2(a)に示す．画像内で低輝度の箇所が真実接触面積であり，ゴム接触部と考えられる．この画像を 2 値化処理した後，黒ピクセルを数えることで真実接触面積を Ar として定量化することができた．

次に紙粉が Ar に及ぼす影響を調べるため，複合機を用いて 2.2 節で示した紙を通紙し，ローラに紙粉を付着させ，通紙前と同様に接触面観察を行った．通紙後のローラの接触面画像を図 2(b)に示す．通紙後は Ar が大きく減少していることが分かる． これは紙粉の付着により Ar が減少したと考えられる．

Table.2 Classification table of rubber rollers

		Surface shape	
		Abrasion pattern	Emboss pattern
Hardness	Soft	U(s)	U(s, e)
		E(s)	
		S(s)	
	Hard	U(h)	U(h, e)
		E(h)	
		S(h)	

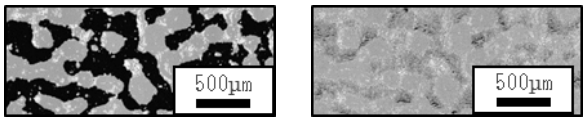
Table.3 characteristics of paper

Paper	Particle type ($CaCO_3$)	Amount (by SEM/EDX)
α	Light	Large
β	Light	
γ	Heavy	
δ	Heavy and light	Small

3.2 真実接触面積と摩擦特性の関係

紙粉量の違いが真実接触面積と摩擦特性に与える影響を調べるため，紙粉量の異なる α 紙と δ 紙を用いた通紙試験を行い，通紙前後で Ar および μ を比較した．U(s.e)に関して，Ar および μ と通紙枚数の関係を図 3 に示す．α 紙通紙後の Ar を Ar(α)，μ を μ(α)と表記した．δ 紙に関しても同様に示している．α 紙を通紙した場合 Ar 及び μ は 1k 枚まで減少し，その後は一定値を示した．δ 紙の場合は 1k 枚以降も緩やかに減少する傾向がある．このことから，紙粉量の多い紙の方が Ar を減少させやすい可能性が示された．なお，U(s.e)以外のローラに関しても図 3 と同様の傾向を示したので，紙面の都合上本稿からは割愛させて頂く．

次に，Ar が μ にどのような影響を及ぼすかを調べるため，通紙前後の実測値から Ar 減少率 ΔAr/Ar 及び μ 減少率 Δμ/μ を算出した．図 4 に示すように，ゴムローラ種，紙種に拘らず， Ar 減少率と μ 減少率は概ね線形関係にあることが明らかとなった．この結果から，ゴムローラの摩擦力低下は，通紙に伴うゴムローラの真実接触面積の減少が原因であることが示された．



(a) Before paper feeding　(b) After paper feeding

Fig.2 Observed images of contact area between rubber rollers and glass plates

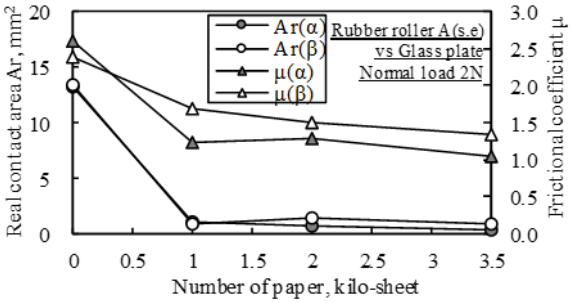


Fig.3 Relationship between Ar and μ of rubber roller U(s.e)

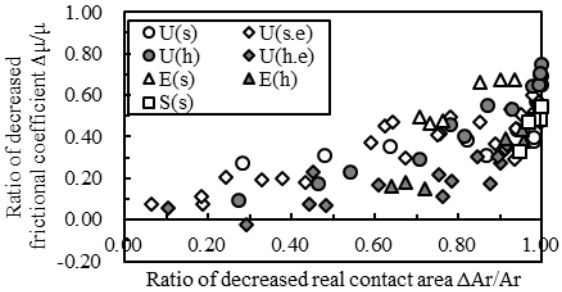
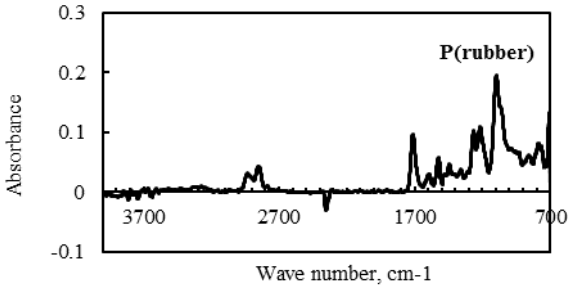


Fig.4 Relationship between ΔAr/Ar and ΔF/F of rubber rollers

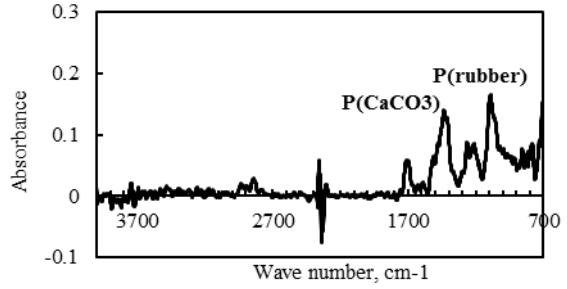
3.3 紙粉付着量の定量化

通紙試験後のゴムローラ表面に$CaCO_3$がどの程度付着するかを調べるため，赤外顕微鏡を用いた FT-IR 分析を行った．通紙前後のゴムローラ表面の FT-IR 分析結果を図 5 にそれぞれ示す．通紙前では波長 1000-1300 付近にゴム特有のピーク P(rubber)を確認したが，通紙後は P(rubber) に加えて波長 1300-1600 付近に$CaCO_3$特有のピーク P($CaCO_3$)を確認した．紙上の紙粉が通紙によりゴムローラ表面に付着したためだと考えられる．ゴムローラへの紙粉付着量の定量化を行うために P(rubber)と P(CaCO3)の比を用いるピーク強度比を利用した．これらのピーク強度比 P_{CaCO3}/P_{rubber} を紙粉付着度と呼び，紙粉付着量を示す新たな指標とした．

Ar と μ，通紙枚数，紙粉付着量度の関係を詳しく調査するため，低通紙枚数の通紙試験をゴムローラ A(s,e)に固定して行った．通紙枚数と Ar 減少率の関係を図 6 に示す．μ については Ar と同様の傾向を示したため本稿からは割愛させて頂く．Ar は，α 紙，β 紙は 20 枚まで急激に減少，γ 紙は 50 枚まで徐々に減少， δ 紙は 100 枚まで徐々に減少する結果となった．このことから，$CaCO_3$ 量の多い紙ほど $CaCO_3$ が付着し易く，Ar および μ を減少させ易いと考えられる．また，γ 紙の Ar の推移が，γ 紙と同程度の $CaCO_3$ 量を持つ α 紙，β 紙のものよりも緩やかであることに関して，使用されている $CaCO_3$ の形状の影響があると考えられる． Ar および μ 減少の結果からすると，重質 $CaCO_3$ は軽質 $CaCO_3$ よりもゴムローラに付着し難いため，γ 紙の Ar および μ は α 紙，β 紙のものよりも緩やかに減少することが示唆される．



(a) before paper feeding



(b) after paper feeding

Fig.5 ATR spectrum of rubber roller and μ of rubber roller

次に通紙枚数と紙粉付着度の関係を図 7 に示す．通紙枚数の増加に伴い，紙粉付着度が増加することを確認した．また，$CaCO_3$ 量が多い紙ほど紙粉付着度の増加が速いことを確認した．これは，図 6 で示した通紙枚数と Ar 減少率の関係とほぼ一致している．よって，通紙に伴う Ar および μ の減少は，紙からゴムローラ表面に $CaCO_3$ を主とした紙粉が付着することが原因である可能性が高い．

3.4 ゴムローラの摩耗形態に及ぼす紙粉の影響

紙粉量の違いがゴム摩耗特性に与える影響を調べるため，ゴムローラの材質を U(s,e)に固定して紙粉量の異なる α 紙，δ 紙の通紙試験を行った． 2000 枚通紙前後の表面観察画像を図 8 に示す．通紙後ゴムローラのシボ突起部付近に通紙前には存在しない白い付着物を確認した．この付着物を FT-IR 分析した結果，ゴムと $CaCO_3$ の混ざった摩耗粒子であることが判明した．$CaCO_3$の反射率が高いため，それを含む摩耗粒子が白く写ったと考えられる．また，摩耗粒子を比較すると α 紙よりも δ 紙の方が明らかに大きい．通紙枚数と摩耗粒子サイズの関係を図 9 に示す．摩耗粉サイズは紙搬送方向(縦方向)とゴムローラ軸方向(横方向)の測定値を用いた二軸平均径により求めた．摩耗粒子の発生は，α 紙では 200 枚付近であるのに対して δ 紙では 600 枚付近である．ゴムは単位長さあたりの摩擦力によって摩耗生成物すなわち摩耗形態が異なる [3]ため，摩耗粒子発生は，α 紙では紙粉付着による摩擦力の低下，δ 紙ではシボ突起の摩耗による接触面積増加が原因となったと考えられる．紙上の紙粉量が多いと摩耗形態の変化は早くなるなど紙粉量はゴムの摩耗特性に

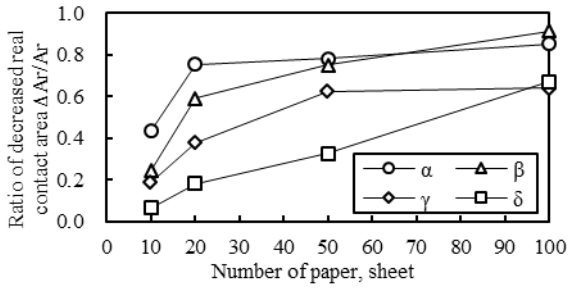


Fig.6 Relationship between Ar and number of paper

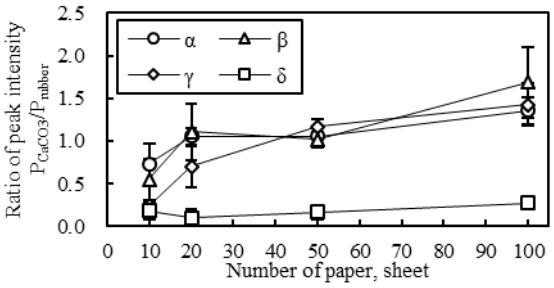
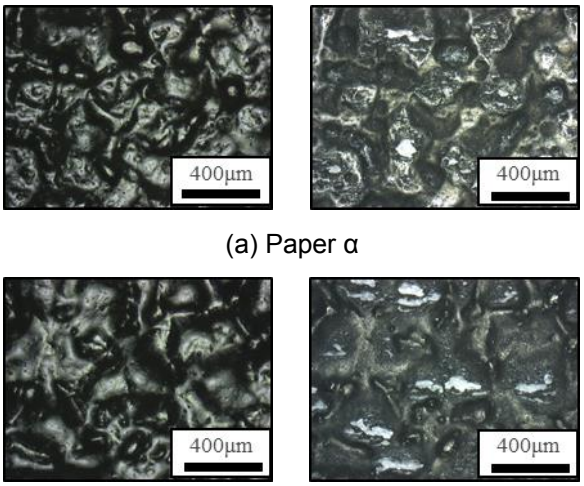


Fig.7 Relationship between number of paper and P_{CaCO3}/P_{rubber}

も影響を与えることが示された．またα紙，δ　紙で摩耗粒子の到達サイズ異なっている．これは，摩耗粒子の紙粉含有量の違いが影響したと考えられる．摩耗粒子の紙粉含有量の比較を行うために走査型電子顕微鏡による EDS 分析による定量分析を用いた．測定結果を図 10 に示す．これは摩耗粒子内の紙粉のモル％を示している．これより紙粉含有量はα紙の方が　δ　紙よりも多いということが示唆された．摩耗粒子は紙上の紙粉量が多いほど早く成長して脱落し，脱落時のサイズは小さくなることが判明した．



(a) Paper α

(b) Paper δ

(c) Before paper feeding　(d) After paper feeding (2000 sheets)

Fig.8 surface of rubber roller

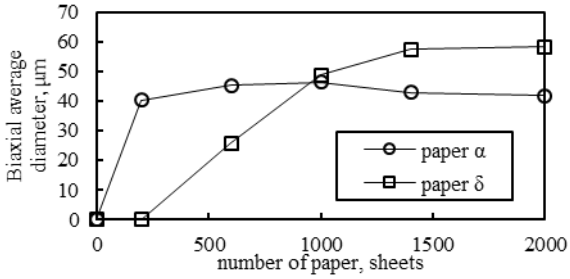


Fig.9 Size of rubber debris

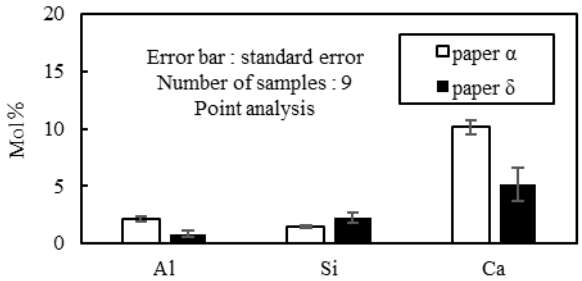


Fig.10 Amount of paper lint in rubber debris (by SEM/EDX)

4. 結言

広視野レーザ顕微鏡を用いて紙搬送用ゴムローラの接触面観察，また通紙後ゴムローラ表面の詳細な分析や観察を行ったことで以下の結言を得た．

(1) ゴムローラ-ガラス板間の接触面観察を行い，ゴム接触部を真実接触面積 Ar として定量化した．

(2) 異なるゴム種，紙種を用いても，真実接触面積が減少することにより，摩擦力が減少する傾向があった

(3) ゴムローラの真実接触面積と摩擦係数の減少は紙粉が付着することで生じ，紙粉量や紙粉形状などにより減少の仕方は異なる．

(4) 紙上の紙粉量が多いほど，ゴムの摩耗形態の変化は早くなり，摩耗粒子は早く成長して脱落し脱落時のサイズは小さくなる．

謝辞

本研究は㈱電通国際情報サービス，㈱ISID エンジニアリングおよび MFP コンソーシアムの支援・協力により行った．この場を借りて感謝申し上げる．

参考文献

1) Isami Nitta, Akihiro Kanno, Michiya Okamoto, Yasushi Nagaoka：Study of a New Type of Laser Microscope with Wide Field of View Using a Shrink Fitter，Journal of the Japan Society for Precision Engineering，Vol.73,No11(2007) [in Japanese]，pp. 1226-1232

2) Noriaki Okamoto, Kazuhiro Ohtani, Keiichiro Misawa, Kenji Yoshida：study on Velocity Characteristics and Mechanics of Paper Feeding with Rubber-Covered Roller Drive，Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers，Vol.67,No654(2001-2) [in Japanese]，pp.475-482.

3) Asahiro Ahagon：Chemical Aspect of rubber Abrasion, NIPPON GOMU KYOKAISHI, Vol.79,No10(2006) [in Japanese], pp.500-506.

10:24 AM - 10:27 AM (Thu. Jun 21, 2018 10:00 AM - 11:36 AM Main Hall)

[INP-09p] Development of Porous Metal Foil and Its Application

*Hirokazu Sawada[1], Jyunji Kawaguchi[1] （1. Fujifilm Corporation）

10:27 AM - 10:30 AM (Thu. Jun 21, 2018 10:00 AM - 11:36 AM Main Hall)

[INP-10f] Development of Nuclear Emulsion with Silver-bromide Crystals Introduced Edge Dislocation

*Akira NISHIO[1], Kunihiro MORISHIMA[1], Mitsuaki KUNO[1], Yuta MANABE[1], Nobuko KITAGAWA[1], Ken-ichi KUWABARA[1], Tetsuo YOSHIDA[1] （1. Nagoya University）

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション

[INP] インタラクティブセッション ショートプレゼンテーション
Interactive Session, Short Presentation

2018年6月21日(木) 10:00 〜 11:36 大ホール (けやき会館 一階)

[INP-11i] フォトリソグラフィー技術を用いた酸化ニオブ薄膜による干渉色の混色
Color Mixture of Interference Color by Niobium Oxide Thin Film Using Photolithography.

*阿部 裕太[1]、小松 功[1]、前田 秀一[1] （1. 東海大学）
*Yuta Abe[1], Isao Komatsu[1], Shuichi Maeda[1] （1. Tokai University）

ニオブは陽極酸化によって表面に酸化ニオブが形成され、電圧の変化によって様々な色に発色可能なことが知られている。これは薄膜干渉に起因し、紫外線に対して劣化・退色しない、ある程度高温にも耐えられるなどといったメリットを持つ。しかし、陽極酸化による発色は酸化ニオブ層の膜厚に関係しているため、発色したニオブ基板上に新たな色を置いて混色させることができない。本研究ではニオブ基板上にフォトリソグラフィーの技術による画像形成手法を用いて市松模様のパターンを形成し、並置加法混色によって混色を行うことを目的とした。結果、異なる電圧によって着色した2つの色を混色させ、新しい色を作り出すことに成功した。

An anodic oxidized niobium (Nb) layer on Nb plate makes various colors. A driving force of the coloration is considered to be the thin film interference of the anodic oxidized layer on the Nb plate. However, color development by anodic oxidation is related to the thickness of oxidized Nb layer, it is impossible to place a new color on the colored Nb plate. The focus of this research is to make a checkerboard pattern on the Nb plate by photolithography and juxtaposed additive color mixture. Consequently, we succeeded in mixing two colors colored with creating a new color.

フォトリソグラフィー技術を用いた酸化ニオブ薄膜による干渉色の混色

阿部　裕太*，小松　功**，前田　秀一*,**

*東海大学大学院　工学研究科　電気電子工学専攻
**東海大学大学院　総合理工学研究科　総合理工学専攻

Color mixture of interference color by niobium oxide thin film using photolithography .

Yuta Abe*, Isao Komatsu**, Shuichi Maeda*,**
* Course of Electrical and Electronic Engineering, Graduate School of Engineering, Tokai University
** Course of Information Science and Technology, Graduate School of Science and Technology, Tokai University

An anodic oxidized niobium (Nb) layer on Nb plate makes various colors. A driving force of the coloration is considered to be the thin film interference of the anodic oxidized layer on the Nb plate. However, color development by anodic oxidation is related to the thickness of oxidized Nb layer, it is impossible to place a new color on the colored Nb plate. The focus of this research is to make a checkerboard pattern on the Nb plate by photolithography and juxtaposed additive color mixture. Consequently, we succeeded in mixing two colors colored with creating a new color.

1. 背景

ニオブは陽極酸化によってニオブ表面に透明な酸化ニオブ膜が形成され，様々な色に着色可能なことが知られている．これは薄膜干渉に起因し，陽極酸化時の電圧に応じて，酸化ニオブの膜厚は成長する．ニオブの膜厚の変化による薄膜干渉により，赤，青，緑，紫，金など様々な色に変化させることが可能である．[1-2)]

薄膜干渉による色は紫外線に対して劣化・退色しない，異物が混入する危険性が無い，ある程度高温にも耐えられるなど，他の着色方法にはないメリットを持つことから，紫外線殺菌処理や高温殺菌処理などが頻繁に行われる医療現場での応用も期待できる．しかし，陽極酸化による発色は酸化ニオブ層の膜厚に関係しているため，発色したニオブ基板上の上に新たな色を置いて混色させることができないという問題がある．

2. 目的

先行研究において，フォトリソグラフィーの技術を用いてニオブ上にフォトレジストマスクを形成し陽極酸化を行うことでニオブ表面に高精細な画像を形成することに成功している．本研究ではフォトリソグラフィーの技術による画像形成手法を用いてニオブ表面に細かい市松模様のパターンを形成し，並置加法混色によって混色を行うことを目的とした．

3. 実験

3.1 マスクの作製

OHP フィルム上（KOKUYO㈱，VF-1420N）にレーザープリンター（Canon㈱，Satera，LBP7010C）を用いて Photoshop（Adobe，Photoshop CS5.1(64bit)）上で作成した 1pt のドットの市松模様を印刷した．印刷した OHP フィルムを 25mm×25mm 四方に切り出してマスクとして使用した（Fig.1，Fig.2）．

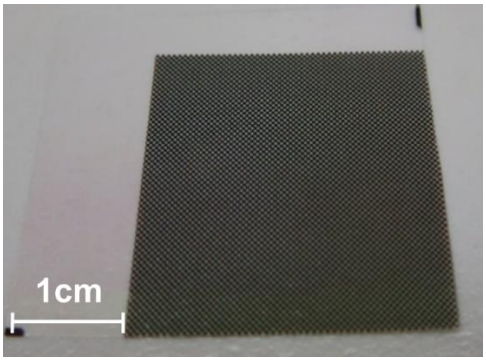


Fig.1 Mask image

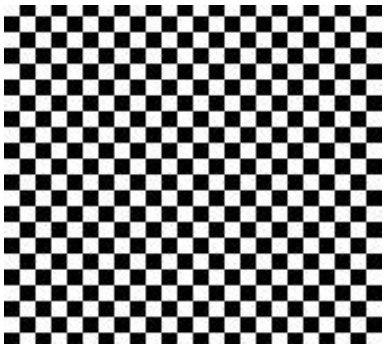


Fig.2 Enlarged image of mask (Image is for illustration purposes)

3.2 フォトレジストマスクの作製

ニオブ板（㈱ニラコ，0.10mm 厚）を 25mm×25mm に切り出した後，スピンコーター（㈱アクティブ，ACT-220DⅡ）を用いて回転数 1500rpm でニオブ板上にフォトレジスト液（$C_2H_5O(CH_2)_2OH$，富士薬品工業

＊〒259-1292 神奈川県平塚市北金目 4-1-1
＊4-1-1 Kitakaname, Hiratuka-shi, Kanagawa, 259-1292, Japan
e-mail: 4bef1204@mail.u-tokai.ac.jp

㈱）を 5 滴たらしてコーティングした．その後ドライオーブン（増田理化工業㈱，SA31）を用いて 90℃で 5 分間乾燥させた．ドライオーブンから取り出したニオブ板の上に蒸留水を一滴垂らしその上にマスク，蛍石を順に乗せ 25 秒間 UV ランプで照射した（Fig. 3）．その後 20wt％の FPPR 現像液（Na_2O_3Si, 富士薬品工業㈱）に約 10 秒間浸けて現像し，蒸留水で洗浄した．

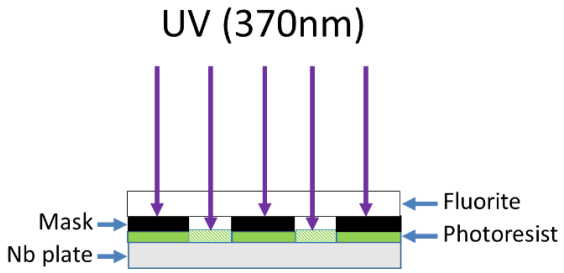


Fig.3 Schematic diagram showing UV irradiation

3.3 ニオブの陽極酸化処理（着色）

ビーカーに電解液として 5wt％のクエン酸水溶液を 100ml 調製した．表面にフォトレジストマスクを形成したニオブを陽極に，白金を陰極にセットし，電圧を 5 分間印加させた．その後アセトンでフォトレジストマスクを取り除き，蒸留水で洗浄した．その後，洗浄したニオブを再び陽極にセットし，電圧を 1 回目とは値を変えて 5 分間印加した．（Fig. 4）本実験では 1 回目に印加する電圧が 30V，2 回目が 10V の場合と，1 回目が 60V，2 回目が 20V の場合の二つの条件でサンプルを作製した．

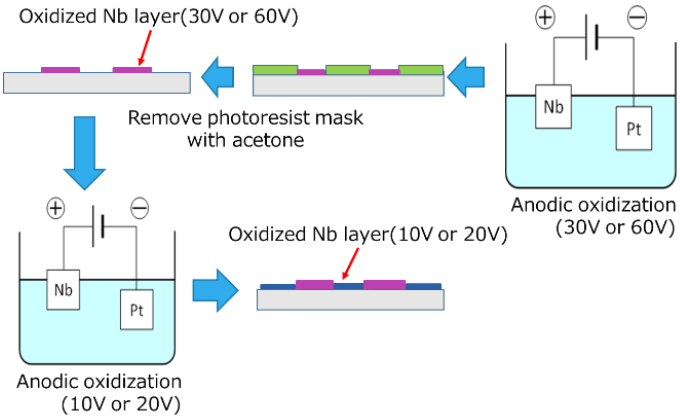


Fig.4 Schematic diagram showing during anodizing treatment

3.4 分光反射率測定

上記の方法で作製したサンプル 2 つと 10V，20V，30V，60V のみでそれぞれ陽極酸化したニオブ板の計 6 つを分光光度計（日本分光㈱，V-670）で 380nm～780nm の波長範囲で反射率を測定した．

4. 結果と考察

30V で陽極酸化後，10V で陽極酸化したサンプルを Fig. 5，60V で陽極酸化後，20V で陽極酸化したサンプルを Fig. 6 に示す．

Fig.5 Niobium plate image, Mixture of 10V+30V

Fig.6 Niobium plate image, Mixture of 60V+20V

次に，各サンプルの分光反射率測定の結果を Fig. 7，Fig. 8 に示す．

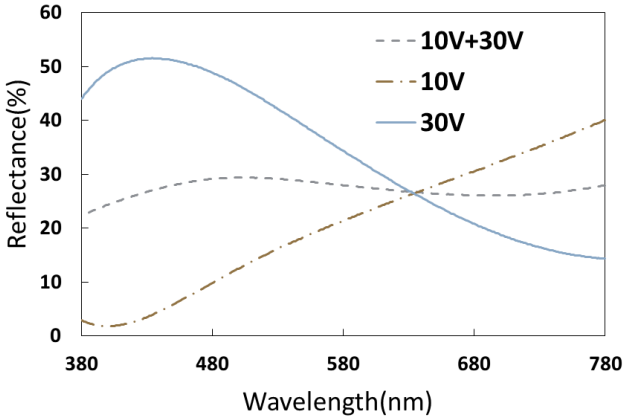


Fig.7 Reflectance of samples (10V,30V,10V+30V)

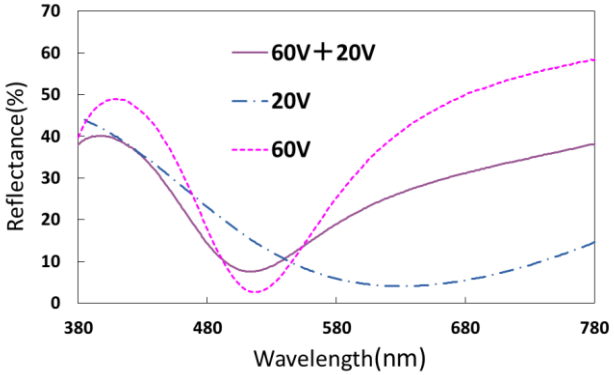


Fig.8 Reflectance of samples (20V,60V,60V+20V)

Fig.7 と Fig.8 から 10V+30V の波形は 10V と 30V の波形を足し合わせた形をしている．また，60V＋20V の波形は 20V の波形と 60V の波形が合わさった形をしている．このため，10V+30V と 60V+20V のサンプルの色は混色していると考えられる．この分光反射率から 6 つのサンプルの RGB 値を算出し，ディスプレイ上に色を出力した（Table1，Table2）．また，10V+30V と 60V+20V のサンプルの計算上の色を求め，ディスプレイ上に出力した（Fig.9）．

Table1 RGB value and color of sample (10V,30V,10V+30V)

Voltage (V)	10V+30V	10V	30V
R	141	145	136
G	144	115	167
B	149	68	197
Color			

Table2 RGB value and color of sample (20V,60V,60V+20V)

Voltage (V)	60V+20V	60V	20V
R	153	188	45
G	85	65	95
B	146	177	165
Color			

R:141
G:141
B:133

R:117
G: 80
B:171

Fig.9 Calculation Color

Table1，Table2 の混色したサンプルの色を見てみると，１つの電圧だけで着色した色とは違う色になっていることが分かる．このことから二つの干渉色を並置加法混色させることで新しい色を作り出せる事が確認できた．しかし，Fig.9 の計算上の色と比べると色が異なっていることがわかる．この違いを確かめる為に，Photoshop を用いてサンプルの色と計算上の色の L*a*b*値を求めて色差を計算し（Table3，Table4），求めた L*a*b*値を色度図上にプロットした．（Fig.10，Fig.11）

Table3 L* a* b* value and color difference of calculated color with sample of 10V+30V

	L*	a*	b*	⊿Color Difference
Sample Color	60.22	-3.46	0.83	4.59
Calculation Color	58.00	-1.00	4.00	

Table4 L* a* b* value and color difference of calculated color with sample of 60V+20V

	L*	a*	b*	⊿Color Difference
Sample Color	46.47	32.81	-18.54	26.10
Calculation Color	41.00	31.00	-44.00	

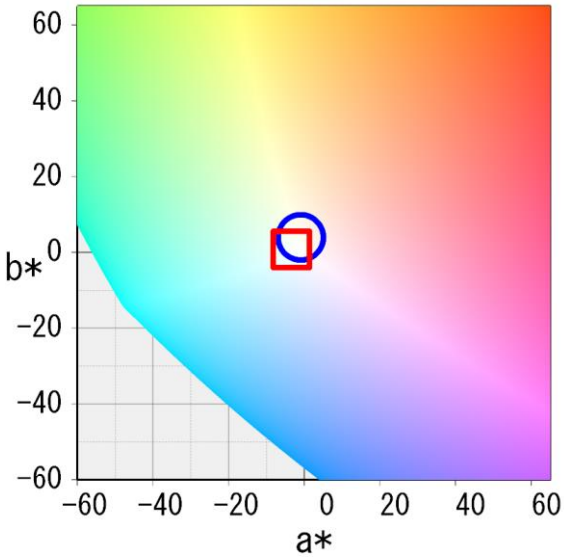


Fig.10 Chromaticity diagram of sample and calculated color (10V+30V)

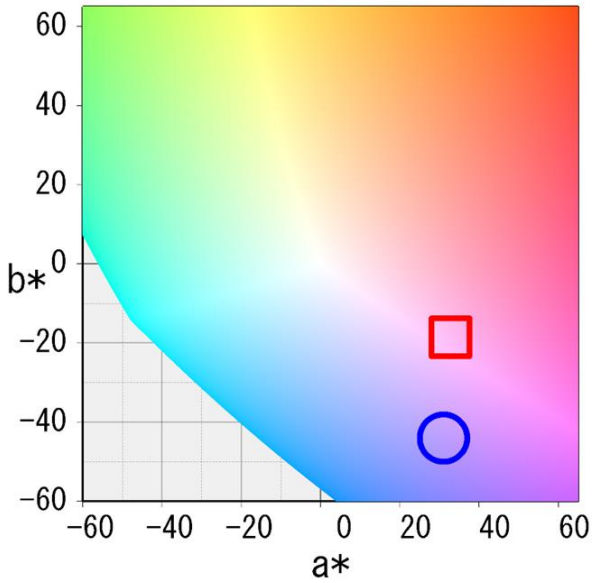


Fig.11 Chromaticity diagram of sample and calculated color (60V+20V)

Table3，Table4 と Fig. 10，Fig. 11 の結果から作製したサンプルの色は 10V+30V のサンプルは計算上の色と比べると色差は少ないが，60V+20V のサンプルは色差が大きく混色してないように見える．この色の違いの原因を探るため，60V+20V のサンプルを光学顕微鏡で観察した（Fig. 12）.

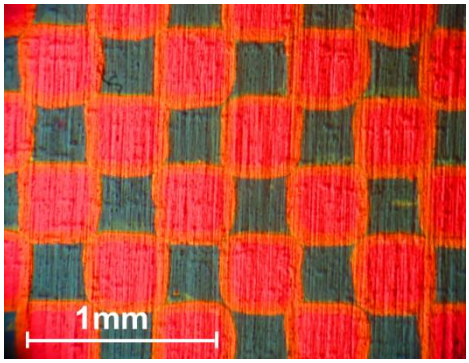


Fig.12 Optical microscopic image of the sample (60V+20V)

60V+30V のサンプルを顕微鏡で観察すると青色の四角の枠に黄色の縁取りがあるのが確認できる．分光反射率測定を行ったときに，縁取り部分の色の光が反射したことでサンプルの長波長帯の分光反射率が大きくなり，算出される色の値に影響が出たと考えられる.

この現象が起こった原因としては、露光時にマスクのピントがずれてしまい，フォトレジストマスクがきちんと形成されなかったことで，60V で陽極酸化した時にマスクの弱いエッジ部分が着色されてしまったと考えられる.

5. 結論

フォトリソグラフィーの技術を用いて二つの異なる干渉色を並べ合わせることで並置加法混色によって新たな色を作り出すことが出来た.

6. 今後の展望

今回の実験でフォトレジストマスクが綺麗に形成されていないことが分かった. このため, 露光時間, 光源，マスクと基板の密着度，光源，光源からマスクまでの距離，現像時間などと言ったフォトレジストマスクの作製条件を見直す必要があると考えられる．また，解像度がまだあまり良くないため，混色したサンプルを近くで見ると，混色した二つの色がハッキリと分かれて見えてしまう．このため，今後は更に細かいパターンのマスクを使用してフォトレジストマスクの形成，混色を行っていきたい.

参考文献

1) K. Kuroda, “World of interference color, Art and technology, Titanium and Niobium”, Koshinsha, (2007). [in Japanese]
2) I. Komatsu, H. Aoki, M. Ebisawa, A. Kuroda, K. Kuroda, S. Maeda, "Color change mechanism of niobium oxide thin film with incidental light angle and applied voltage", Thin Solid Films, **603**, pp. 180-186 (2016)

10:33 AM - 10:36 AM (Thu. Jun 21, 2018 10:00 AM - 11:36 AM Main Hall)

[INP-12p] Drying and Curling of Thin Liquid Films with Photo-curing Reactions: a Confocal Raman Spectroscopy

*Hirokazu Yoshihara[1], Masato Yamamura[1] （1. Dai Nippon Printing Co., Ltd.）

10:36 AM - 10:39 AM (Thu. Jun 21, 2018 10:00 AM - 11:36 AM Main Hall)

[INP-13f] Searching the Nuclear Emulsion’ s Supporting Base for Improvement of Detector Performance

*Yuta MANABE[1], Kunihiro MORISHIMA[1], Nobuko KITAGAWA[1], Akira NISHIO[1], Mitsuaki KUNO[1] （1. Nagoya University）

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション

[INP] インタラクティブセッション ショートプレゼンテーション Interactive Session, Short Presentation

2018年6月21日(木) 10:00 〜 11:36 大ホール (けやき会館 一階)

[INP-14i] ミセル電解銅フタロシアニン膜の酸化還元に伴う結晶転移 Crystal Form Transitions accompanied by redox reactions in Copper Phthalocyanine Films Prepared by the Micellar Disruption Method

*加藤 雄大[1]、宮良　祐美[1]、星野 勝義[1] （1. 千葉大学）
*Yuta Kato[1], Yumi Miyara[1], Katsuyoshi Hoshino[1] （1. Chiba University）

現在、有機顔料の薄膜形成における手法として真空蒸着法が広く用いられている。しかし、この手法は熱で結晶転移が起こる銅フタロシアニン(CuPc)のような物質において、酸化還元挙動の研究を行う上で不適当であった。当研究室で開発されたミセル電解法によれば常温・常圧下で薄膜作製を行うことができ、電気化学反応の検討を行うことができる。そこで、本研究ではミセル電解法によりα、βおよびε形CuPc薄膜を作製し、酸化還元反応に伴う結晶転移の検討をを行った。その結果、α形は維持されるが、β形およびε形は一部がα形に転移するという興味深い結果が得られた。

ミセル電解銅フタロシアニン膜の酸化還元に伴う結晶転移

加藤　雄大*，宮良　祐美*，星野　勝義*

*千葉大学大学院 工学研究院物質科学コース

Crystal Form Transitions accompanied by redox reactions in Copper Phthalocyanine Films Prepared by the Micellar Disruption Method

Yuta Kato*, Yumi Miyara*, Katsuyoshi Hoshino*

*Department Materials Science, Graduate School of Engineering, Chiba University

Films of α, β, and ε-type copper phthalocyanines were prepared by the micellar disruption method, and their redox properties were investigated by cyclic voltammetry in acetonitrile. The latter two films exhibited a pair of oxidation-reduction waves, which was accompanied by the color change between blue and purple. Similarly, the former α-type copper phthalocyanine film showed one oxidation wave, however, the oxidized state was reduced in two successive steps. X-ray diffraction measurement revealed that the first reduction step was ascribed to the change in the crystal form (physical change) and that the second reduction step was based on the electron injection into the film (chemical change). Moreover, the measurements demonstrated that the β-type and ε-type copper phthalocyanine films were converted in crystal form to the α/β-type and β-type films, respectively, by the redox reactions.

１．はじめに

有機顔料の薄膜形成における手法として真空蒸着法が広く用いられている。しかし真空蒸着法により形成された薄膜は電極上に緻密な膜を形成するために膜内部へのイオンの出入りが困難となり、結果的にエレクトロクロミック（EC）素子への展開は限定的となる。この場合の EC 現象は極薄膜の条件下で、かつ限られた支持電解質・溶媒の条件下で発現することが知られている [1)]。また、いくつかの結晶多形をもつが、熱によって結晶転移を生じてしまうような有機物質は、最も安定な結晶形の EC 特性しか検討対象にはならない。そのため、代表的な有機顔料である銅フタロシアニン(CuPc)のような物質においては、その EC 特性を論じる上では真空蒸着法による製膜は不適当であった。

一方､著者の一人が開発に携わったミセル電解法によれば、有機・無機あるいは顔料・色素の別にかかわらず多孔質膜が得られるため、制限された条件下でなくても EC 現象が生じる可能性がある。また、ミセル電解法の製膜過程では加熱、加圧、有機溶媒の暴露などが含まれないため、顔料の結晶系が維持される利点もある [2-6)]。そこで、本研究ではミセル電解法によりα型、β型およびε型銅フタロシアニン（CuPc）膜を作成し、その電気化学反応について検討を行ったのでその結果について報告する。

〒263-8522 千葉県稲毛区弥生町 1-33
1-33 Yayoi-cho, Inage-ku, Chiba, 263-8522 , Japan
e-mail: k_hoshino@faculty.chiba-u.jp

２．ミセル電解法の製膜原理

Fig. 1 にミセル電解法の製膜原理を示す。ミセル電解法では、疎水部に酸化還元能を有するフェロセニル基持つ界面活性剤を用いて電極上に顔料を堆積させる。本研究においては、界面活性剤として 11-ferrocenylundecyl polyoxyethylene grycol (FPEG)を用い、CuPc の分散液を作製した。分散液中には、CuPc-FPEG 会合体、FPEG ミセル及び FPEG モノマーが共存しているが、FPEG モノマーが電極酸化を受けると(Fig. 1, STEP ①)、その濃度を補償するように FPEG ミセルの開裂及び会合体からの FPEG の脱

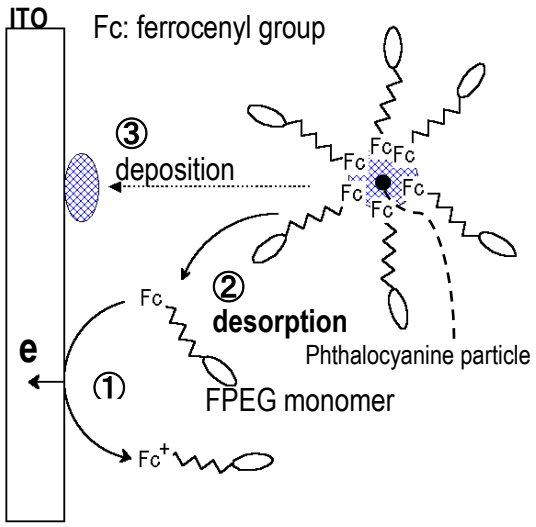


Fig. 1 A schematic illustration of the film formation mechanism of the micellar disruption method.

着が生じる(Fig. 1, STEP ②)。その脱着の結果、顔料粒子の分散安定性が低下し、電極基板上に堆積して薄膜を形成することになる(Fig. 1, STEP ③)。

３．実験

３．１　製膜

製膜材料としては、α, βおよびε型銅フタロシアニン(α, β, ε-CuPc)を用いた。製膜用分散液は、CuPc (10 mM) 、FPEG (2 mM)および支持塩（LiBr, 0.1 M）をイオン交換・蒸留水に添加し、ボールミル分散することにより調整した。

膜堆積セルには三電極式セルを用い、動作電極にITO、対向電極には白金板、参照電極には銀/塩化銀電極 (Ag/AgCl)を用いた。動作電極である ITO に 0.5 V vs. Ag/AgCl の電位を印加することで CuPc の薄膜を得ることができる [1]。

３．２　エレクトロクロミック特性測定

CuPc 膜の EC 特性は、0.1 M 過塩素酸テトラブチルアンモニウムを溶解したアセトニトリル溶液に上述の CuPc 膜修飾 ITO 電極を浸漬して動作電極とし、窒素雰囲気下で、サイクリックボルタンメトリーおよびクロノアンペロメトリーを行うことにより評価した。

３．３　Ｘ線回析測定

サイクリックボルタンメトリーを行った時と同じ電解溶液中で CuPc 薄膜に一定電位を印加し、酸化状態および還元状態の CuPc 薄膜を作成した。そして、薄膜 XRD 測定により、各酸化還元状態における膜の結晶形の判定を行った。

４．結果

４．１　エレクトロクロミック特性

作成した 0.55 μm 厚のミセル電解α-CuPc 薄膜のサイクリックボルタンモグラムを Fig. 2 に示す。電位をアノード方向に掃引すると、1.2 V 近傍で酸化波が見られ、膜の色が青色から紫色に呈色する様子が観察された。また、カソード掃引では 0.7 V 付近では紫色から青色に変化するエレクトロクロミック特性を示した。なお、カソード掃引では 1.0 V 近傍でも還元波が見られたが、この還元波では色変化を伴なわなかった。すなわち、粒子の再配列や結晶構造の変化等の物理的な変化に基づく変位電流に起因する可能性が高い。

次に、0.32 μm 厚のミセル電解β-CuPc 薄膜のサイクリックボルタンモグラムを Fig. 3 に示す。α-CuPc 薄膜と同様に、アノード方向に掃引すると 1.2 V 近傍で酸化波は確認でき、青色から紫色への色変化を生じたが、カソード掃引ではα-CuPc 膜に見られた 1 V 付近の還元波が見られなかった。これは、アノード酸化によって生成された過塩素酸ドープβ-CuPc 粒子が電位的に安定であることを示している。Fig. 4

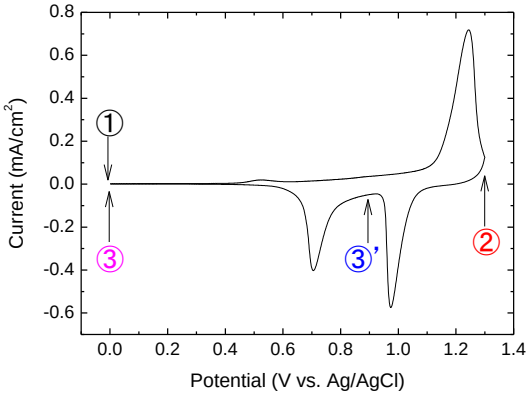


Fig. 2　Cyclic voltammogram of an α–CuPc film prepared by the micellar disruption method. Film thickness: 0.55 μm.

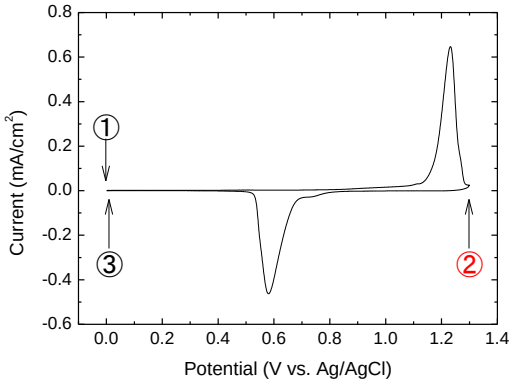


Fig. 3　Cyclic voltammogram of a β–CuPc film prepared by the micellar disruption method. Film thickness: 0.32 μm.

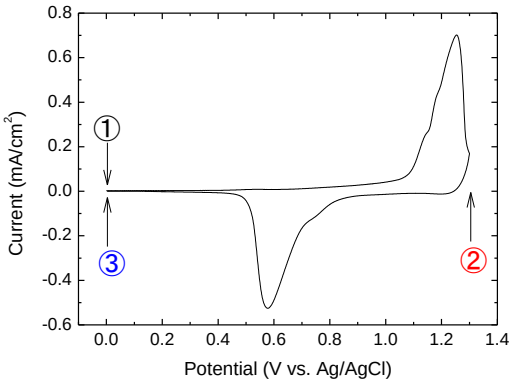


Fig. 4　Cyclic voltammogram of a ε–CuPc film prepared by the micellar disruption method. Film thickness: 0.24 um.

に、0.24 μm 厚のミセル電解ε-CuPc 膜のサイクリックボルタンモグラムを示す。β-CuPc 薄膜と同様に、アノード方向の電位掃引において、1.2 V 近傍で酸化波、カソード掃引において 0.6 V 近傍で還元波が観察されたが、カソード方向掃引において、1 V 近傍では還元波が観察されなかった。

４．２　X 線回析測定

次に、前節における酸化還元反応が結晶形に及ぼす影響を探る目的で、CuPc 膜の薄膜 XRD 測定を行った。具体的には、Figs. 2~4 に示されるサイクリックボルタンモグラムにおいて、①、②、③'および③の位置で電位を固定し、60 秒間印加した後に開回路状態にして各酸化還元状態の膜を作成し、XRD 測定を行った。Fig. 5 に、α (a), β (b),および ε-CuPc (c) 膜の XRD パターンを示す。

α-CuPc 膜の場合、最初①では α 形であるが、②で構造が不明の酸化状態（支持電解質アニオンである ClO_4^- がドーピングされた状態）、③'でその不明の構造を少し残して α 形に戻り、そして③で完全に α 形に転移した。つまり Fig. 2 の1 V 近傍で見られた還元電流は、酸化体の不明の結晶構造の大部分が α 形に戻る電流であり、色変化を伴わないことからおそらくは結晶の再配列に伴う物理的な変位電流であると思われる。なお、エネルギー分散型 X 線分析による膜の元素分析の結果、②と③'の状態での ClO_4^- のドープ率が同じであったことからも上述の解釈は支持される。そして、その後の 0.7 V の電流は残った不明構造が α 形に戻る電流であることがわかった。

次に β-CuPc 膜の場合、初めの①では β 型、酸化状態②ではやはり不明の構造となり、還元状態③では α 型と β 型が混在し、結局は一部が α 形に転移することがわかった。β 型は極めて安定な結晶形であり、濃硫酸で処理するしか α 形に転移しなかったが、酸化還元で転移することが判明した。

ε-CuPc 膜においては、電圧印加前①においても α 型と ε 型の混在が確認され（原料粉末の XRD 測定結果においても α 型と ε 型の混在を確認した）、酸化状態②ではやはり不明の構造へと転移した。そして、還元状態③で α 型と β 型の混合になり、酸化還元に対して ε 型は準安定形であり、容易に結晶転移が生じることがわかった。

５．まとめ

エレクトロクロミック材料として結晶型の異なる銅フタロシアニン（α, βおよびε型）を用い、ミセル電解法によって ITO 基板上に各結晶系の銅フタロシアニン薄膜を形成した。サイクリックボルタンメトリーの結果、β 型および ε 型銅フタロシアニン薄膜は、単純な 1 段の酸化還元波を示したが、α 型は還元過程で2段階の還元波を示した。そのうちの高電位における還元波は、色変化を伴わないことから、物理的な電流に帰属されることが示唆された。そこでこのことを確認するとともに、各結晶形の銅フタロシアニン膜が酸化還元によりどのような結晶転移を生じるのかを知る目的で、種々の酸化還元状態の膜を形成し、薄膜 X 線回折測定を行った。その結果、α 型銅フタロシアニン膜は、酸化により不明の結晶形に転移するが、第一段還元で化学的な酸化状態を維持したままで大部分が α 型に転移し、第二段還元で化学還元を伴い完全に α 型に戻ることがわかった。

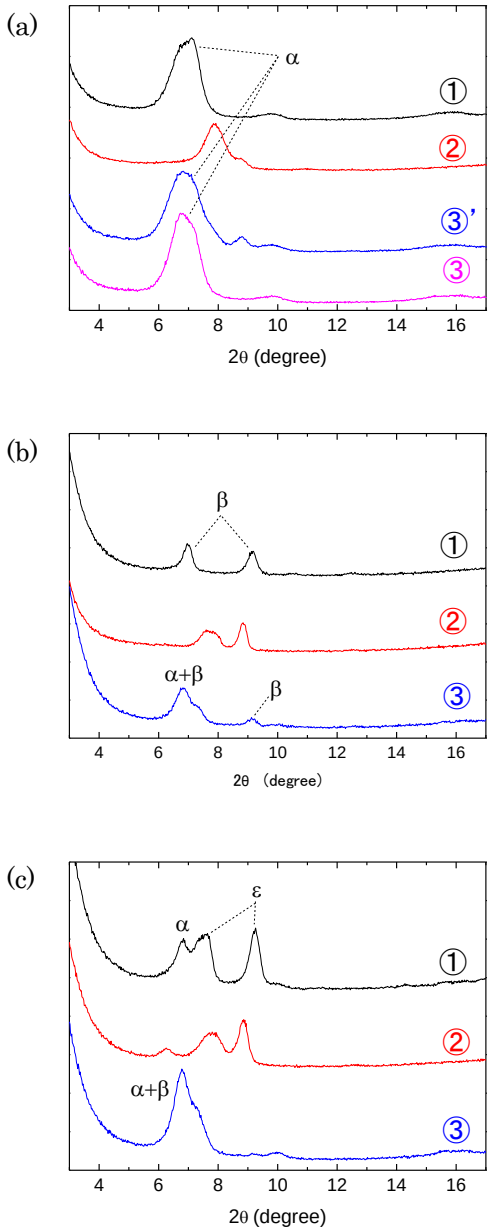


Fig. 5 X-ray diffraction patterns of CuPc films prepared by the micellar disruption method: a, α–CuPc; b, β-CuPc; c, ε-CuPc.

β 型銅フタロシアニン膜は、やはり酸化状態の結晶形の同定は困難であったが、還元によって一部が α 型に転移することがわかった。そして、ε 型銅フタロシアニン膜の場合も、やはり酸化状態の結晶形の同定は困難であったが、還元によって α 型と β 型の混合になることがわかった。

６． 参考文献

1) E.g., N. Toshima, T. Tominaga, S. Kawamura, *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **69**, 245-253 (1996).
2) K. Hoshino and T. Saji, *J. Am. Chem. Soc.*, **109**, 5881 (1987).
3) T. Saji, *Chem. Lett.*, **1988**, 693.
4) T. Saji, K. Hoshino, Y. Ishii, and M. Goto, *J. Am. Chem. Soc.*, **113**, 450 (1991).
5) N. Ishida, T. Shibuya, T. Kitamura, K. Hoshino, *Langmuir*, **19**, 2458-2465 (2003).
6) K. Hoshino, Y. Hirasawa, S.-K. Kim, T. Saji, J.-i. Katano, *J. Phys. Chem. B*, **110**, 23321 (2006).
7) 星野勝義,『有機エレクトロニクスの展開』（分担）, 光応用技術・材料総覧編, 情報機構, pp. 244-255 (2007).

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション

[INP] インタラクティブセッション ショートプレゼンテーション Interactive Session, Short Presentation

2018年6月21日(木) 10:00 〜 11:36 大ホール (けやき会館 一階)

[INP-15i] PVAゲルを用いた新規インクジェット射出速度の制御手法 Jet Velocity Control Method Using PVA Gel for a New Ink-jet Generator

*前嶋 麻緒[1]、大貫 甫[1]、栗原 千尋[1]、木山 景仁[1]、田川 義之[1] （1. 国立大学法人　東京農工大学）
*Mao Maeshima[1], Hajime Onuki[1], Chihiro Kurihara[1], Akihito Kiyama[1], Yoshiyuki Tagawa[1] （1. Tokyo University of Agriculture and Technology）

近年我々は新たなインクジェット射出手法を提案した．新手法の特徴は打撃を駆動力とする点である．既存手法より簡単・安価に200m/s弱の高速射出，水の1万倍の高粘度液体の射出に成功している．本手法は強い打撃を与えると液中に気泡が発生する場合がある．発生した気泡の体積に応じて射出速度が最大2倍大きくなる．気泡は制御困難な要因により発生するため速度制御の妨げとなる．気泡発生を制御できればこの増速効果を利用して高速ジェットを安定して生成できる．そこで我々は気泡を内包したゲルを液中に設置する手法を考案した．ゲルの量で気泡体積を調節する．ゲルの設置により液中の気泡発生の制御，気泡発生と同様の増速効果を得た．

Recently we suggested a new ink-jet injection method. Feature of our method is to use impulsive force. We can generate a high-speed jet (200 m/s) and a highly-viscous jet (10,000 cSt) easily at a low price. In this method, bubbles are generated in the liquid when a strong impulsive force is given. It is difficult to control the bubble inception that causes variations in jet. To control the bubble inception, we came up with a method to introduce PVA gel including bubbles into the liquid. We successfully suppress bubble generation and control the bubble acceleration effect on the jet velocity.

PVA ゲルを用いた新規インクジェット射出速度の制御手法

前嶋　麻緒*，大貫　甫**，栗原　千尋**，木山　景仁**，田川　義之**

*東京農工大学　大学院工学府　産業技術専攻
**東京農工大学　大学院工学府　機械システム工学専攻

Jet velocity control method using PVA gel for a new ink-jet generator

Mao Maeshima*, Hajime Onuki**, Chihiro Kurihara**, Akihito Kiyama** and Yoshiyuki Tagawa**

* Department of Management of Technology, Tokyo University of Agriculture and Technology

** Department of Mechanical Systems Engineering, Tokyo University of Agriculture and Technology

Recently we suggested a new ink-jet injection method. Feature of our method is to use impulsive force. We can generate a high-speed jet (200 m/s) and a highly-viscous jet (10,000 cSt) easily at a low price. In this method, bubbles are generated in the liquid when a strong impulsive force is given. It is difficult to control the bubble inception that causes jet behavior. To control the bubble inception, we came up with a method to introduce PVA gel including bubbles into the liquid. We successfully suppress bubble generation and control the bubble acceleration effect on the jet velocity.

１．緒言

3D プリンタや金属配線，布や車体への印刷など，産業用インクジェットプリンタの需要は依然大きい．紙媒体への印刷と比較して，上記の例に使用されるインクは粘度が高い．

そこで大貫ら[1]は，新しいインクジェット射出手法を提案した．本手法は，打撃によるインクジェット射出手法[2]に着目した手法である．容器の容積変化によりインクを押し出す従来の手法（ピエゾ式など）と比較して，粘性の影響を受けにくいことが特長である．本手法は最大で 10,000 cSt（ハチミツ程度の粘度）の液体を簡単・安価に射出できる．それゆえ本手法は産業用プリンタへの実用化が期待されている．

本手法の実用化に向けての課題として，強い撃力を与えた場合，キャビテーション現象（３節にて解説）により射出速度がばらつく場合があることが挙げられる．キャビテーションとは，液中の圧力が蒸気圧以下になったときに液体が気化し，気泡が発生する現象である．キャビテーションが発生しない場合，ジェットの射出速度は液体の初速度 U_0 と比例する．しかし，気泡が発生した場合は，しない場合と比較してジェットの射出速度 V_j は最大２倍に増加し，その増速率（V_j/U_0）は気泡の最大体積によって決まる[3]．この増速効果を利用すれば液体に対して大きな速度を与えられると考えられる．しかし，与える撃力が同じであってもキャビテーション気泡の体積は常には一定にならない[3]．この原因は，液中の気泡核の数や大きさ，液中の溶存ガス濃度の揺らぎなど制御困難な因子が複数存在するためと考えられる．その不安定性から，キャビテーション現象による増速効果は工学的に利用されていなかった．

そこで，我々は，液中に気泡を封入した PVA ゲル（Poly-vinyl alcohol gel）を設置する手法を考案した．その結果，キャビテーション気泡によるジェットの加速を模擬することに成功した．また，液中での気泡発生が抑制されていることを確認できた．さらに，ゲル中の圧力波伝播挙動を偏光カメラによって観察し，圧力波の伝播速度を見積もることで，PVA ゲル設置時の増速の原因は気泡による圧力波伝播の減衰と遅延であると考察した．

２．打撃によるインクジェット射出手法

まず，打撃を用いた手法[2]を紹介する．液体を入れた試験管の底部に撃力を与えると，液中に圧力波が発生する．その圧力波が液中を伝播し，気液界面にて流れの集束効果によりジェットを生成する．ジェットが射出される速度 V_j は，界面の速度 U_m に比例する．界面の速度 U_m は液体の初速度 U_0 に比例し，液体の初速度 U_0 は撃力の大きさに比例する．つまり，ジェットの射出速度 V_j は与えられる撃力に比例する．

強い打撃を与えた場合，液中にキャビテーション気泡が発生することがある．キャビテーションとは，液中の圧力が蒸気圧以下になったとき気泡が発生する現象である．気泡が発生すると，その気泡体積に応じて液体ジェットの射出速度 V_j は最大 2 倍増速する．この増速のメカニズム[3]を以下に記述する．

まず，キャビテーションが発生しない場合の圧力波の伝播を図１(a)に示す．液体を充填した試験管に撃力を加え，液体が初速度 U_0 を得たとする．まず，打撃付与後，液中を圧縮波が伝播する．圧縮波は界

＊〒184-8588 東京都小金井市中町 2−24−16
＊2-24-16 Nakacho, Koganeisi, Tokyo, 184-0012, Japan
e-mail:　maeshima@st.go.tuat.ac.jp

面を加速させる効果のある圧力波である．界面に圧縮波が到達すると，圧縮波は液面を押し上げる．これにより，界面は速度 U_m=2U_0 まで増加される．圧縮波は界面で自由端反射して位相が反転し，膨張波となって液中を伝播する．膨張波は容器底部で固定端反射して界面に戻る．膨張波には界面を減速させる効果がある．界面に到達した膨張波は自由端反射により再び圧縮波となって容器底部へ伝播していく．これが圧力波伝播の 1 サイクルである．このように，圧縮波と膨張波が交互に界面速度 U_m を変え，平均すると U_m=U_0 となる．

一方，キャビテーションが発生した場合の圧力波の伝播を図 1 (b)に示す．はじめに圧縮波が界面を増速させた後，界面から膨張波が容器底部へ戻っていく．撃力が大きい場合，膨張波により減圧された液中の圧力が蒸気圧以下になる．すると，キャビテーション気泡が発生する．この気泡が圧力波の伝播を妨げるため，容器底部で反射した膨張波は界面に届かず，界面は減速されない．したがって界面速度は U_m=2U_0 を保つ．射出速度は界面速度 U_m に比例するため，キャビテーションが発生した場合はジェットの射出速度が増速される．

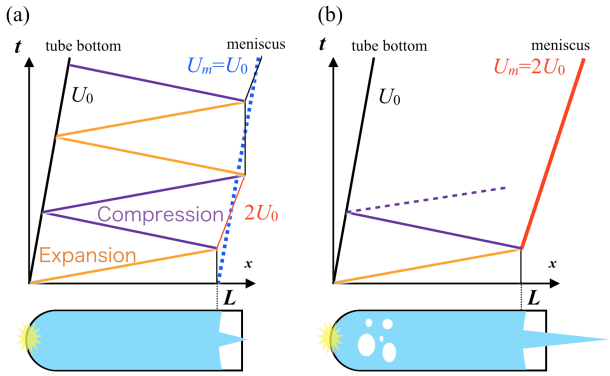


Fig.1 x-t diagrams. (a) is without cavitation and (b) is with cavitation.

3．PVA ゲルを用いた射出速度制御手法

キャビテーションは液中の微小なごみや気泡，溶存ガス濃度のゆらぎなど，制御が困難な要因で発生し，ジェットの射出速度 V_j に影響を与える．打撃による液体ジェット射出技術を実用化するためには，入力（打撃の強さ）と出力（ジェットの射出速度）の関係は一意に決まることが望ましい．

そこで，気泡を封入した PVA ゲルを液中に設置する制御手法を考案した．設置する PVA ゲルの量を変えることにより，気泡体積を制御する．

3．1　PVA ゲル

PVA ゲルは，四ホウ酸ナトリウムと Poly-Vinyl Alcohol を反応させることで生成される粘弾性体である．音響インピーダンスは水:1.5×10^6 kg/m^{2}s，PVA ゲル:1.6×10^6 kg/m^{2}s であり， PVA ゲル中は液中と同様に圧力波が伝播していると考えられる．また，PVA ゲルは内部に気泡を包み込んだ状態で保持できるため，キャビテーション気泡発生時の液中の状態を模擬できると考えた．

3．2　実験概要

図 2 に実験装置の概略図を示す． PVA ゲルの充填高さ l_{gel}=0-50 mm とし，10 cSt のシリコーンオイル(信越シリコーン，KF-96-10cs)を全体の高さが 60 mm となるように試験管(N-16, マルエム，外径 16.5 mm)に充填した．その試験管を高さ 100 mm の位置から SS400 の板材の上に自由落下させることで打撃を与える．生成したジェットを高速度カメラ（FASTCAM SA-X，Photron co.，撮影速度 90,000 fps）で撮影した．撮影した画像から，ジェットの射出速度 V_j と液中の様子を観測した．ここで，ジェットの射出速度 V_j は，試験管が床材と衝突した直後を t=0 とし，t=6 ms における気液界面からジェット先端までの変位から算出した．

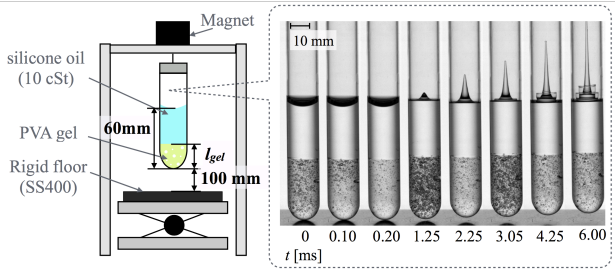


Fig.2 Snapshots of PVA gel in a test tube.

4．結果と考察

PVA ゲルを混入した場合のジェット速度について計測した結果を示す．図 3 は，横軸に試験管内全域（PVA ゲル相とシリコーンオイル相）での気泡の最大体積 Ω，縦軸に増速率（V_j/U_0）を示す．まず，図 3 中の赤いひし形のプロットで表示される l_{gel}=0 mm は液体のみを充填して行った先行研究[(3)]の結果である．キャビテーション気泡が発生するとジェットの増速率（V_j/U_0）が大きくなる傾向がある．さらに本実験結果を図 3 に示す．キャビテーション気泡が発生した場合と同様に，PVA ゲルを設置した場合も増速することが分かった．

この原因を考察するために，液中の圧力波の伝播挙動に注目した．まず，高速度カメラで撮影した画像から，液中・PVA ゲル中に領域を分けて気泡の最大体積 Ω_L，Ω_G を算出すると，PVA ゲル設置時は液中の気泡発生が抑制される（図 4）．これにより，PVA ゲル設置時であっても，液中では図 1(a)に示すような圧力波伝播が起こっていた可能性がある．

次に，圧力波の伝播速度に注目する．PVA ゲル中の圧力波の伝播速度は，封入されている気泡の運動によって観察することができる．しかし，シリコーンオイル中の伝播は目視での観察が困難であるため，

高速度偏光カメラ(CRYSTA PI-1P, Photron, 150,000 fps)を用いて観察した.

高速度偏光カメラの画像から伝播速度を算出した. 試験管が板材と衝突した時刻を t=0 ms とした時刻歴を図 5 に示す. カラーバーは位相差を表しており, 位相差が大きいほど, 強い応力がかかっていることを示す. t=0.07 ms の変動は試験管への打撃付与の影響であり, 液中・PVA ゲル中を圧力波が伝播したのではない. 液中の伝播速度は約 1,000 m/s であり, データシートと一致する[4]. 一方, PVA ゲル中の音速が 1,300 m/s であったが, 気泡を封入した PVA ゲル中の音速は, 約 100 m/s であった. この音速の低下は, ゲル内に気泡が多く含まれていることに起因する[5]と考えられる. 今回, PVA ゲル中のボイド率はゲル高さ l_{gel} によらず一定であると仮定する. それゆえ, 気泡を含んだ PVA ゲル中の音速は常に 100 m/s であるとする. また, PVA ゲル設置時の液中においては波の伝播が確認できなかった. これは, 撮影している位置が気液界面付近であるため, 撮影範囲内で伝播している圧力波が微小だったためと考察する.

液中・PVA ゲル中の圧力波伝播速度に約 10 倍の差があることから, PVA ゲルを設置したときの射出速度 V_j が大きくなる理由として, 圧力波の伝播速度が遅いため, 膨張波が気液界面に到達する前にジェットの生成が完了し, 減速効果が作用しないという仮説が立てられる.

ジェットの生成にかかる時間は容器の半径とジェットの射出速度 V_j によって決まり, 本実験 (図 5 右) においては約 0.9 ms である. ジェットの生成に膨張波が影響を与えるには, 気液界面に圧縮波が達した後, 膨張波が液中・ゲル中を 1 往復して気液界面に達するまでの時間 (式(1)左辺) が, ジェットの生成が完了するまでの時間 (式(1)右辺) よりも短い必要がある.

$$2\left[\frac{l_{gel}}{100}+\frac{60-l_{gel}}{1000}\right]\leq 0.9 \qquad (1)$$

式(1)より, l_{gel} ＜42 mm である必要がある. したがって, 図 3 の l_{gel} ＞40 mm において気泡の最大体積 Ω とジェットの増速率 (V_j/U_0) との間に相関関係が見られない理由は, この遅延効果によるものであると考えられる.

この遅延効果を図 6 のように x-t 線図を用いて整理した. 打撃付与直後, PVA ゲル中の気泡は容器底部から順に圧縮される. ゲル中の気泡が全て圧縮された後, 液中で図 1(a)と同様に圧縮波が伝播する. 圧縮波が気液界面で反射することに伴い, 界面速度 U_m=2U_0 となる. 界面で反射した膨張波が気泡を封入した PVA ゲル中を伝播する速度は液中のそれと比べて十分遅い. そのため, 膨張波が気液界面に再び達するのはジェットの生成が完了した後となる. それ以降の波はジェットの射出速度に影響を与えない. PVA ゲルを l_{gel}＞40 mm で設置した場合は, 増速効果のみを受けてジェットの射出速度は増速されると考えられる.

一方, l_{gel} ≦40 mm においても, 同様の増速効果が確認された. これは, 伝播した波が気泡を通過する際に減衰したことによって増速効果が弱まった可能性がある. これは, 今後の検討課題である.

5. 結言

打撃による急加速を利用した新規インクジェット射出手法の提案をした. 本手法は, 制御困難な要因によりキャビテーション気泡が発生し, 発生した気泡の体積 Ω によって射出速度 V_j が増速することが報告されていた. そこで, 本研究は液中に気泡を内包した PVA ゲルを混入することで気泡の増速効果を模擬することに成功した. さらに, 液中・ゲル中の様子を観察することで, 気泡の存在には圧力波を減衰させる効果 (キャビテーションと同様の効果) だけではなく, 同時に遅延させる効果もある可能性を示唆した.

参考文献

1) Onuki. H, and Tagawa. Y., "A highly-viscous liquid jet Generator", Japanese Journal of Multiphase Flow, **29**, 4, pp.335-342 (2015) [in Japanese]

2) Antkowiak, A., Bremond, N., Le Dizès, S., and Villermaux, E., "Short-term dynamics of a density interface following an impact", Journal of Fluid Mechanics, **577,** pp.241-250 (2007)

3) Kiyama. A, Tagawa. Y, Ando. K, and Kameda. M, "Effects of a water hammer and cavitation on jet formation in a test tube", Journal of Fluid Mechanics, **787,** pp.224-236, (2016)

4) Shin-Etsu Silicone, "Performance Test Results", https://www.silicone.jp/catalog/pdf/kf96_j.pdf , (2018.4.6)

5) Ando, K., Sanada, T., Inaba, K., Damazo, J. S., Shepherd, J. E., Colonius, T., & Brennen, C. E., "Shock propagation through a bubbly liquid in a deformable tube", Journal of Fluid Mechanics, **671**, pp.339-363 (2011)

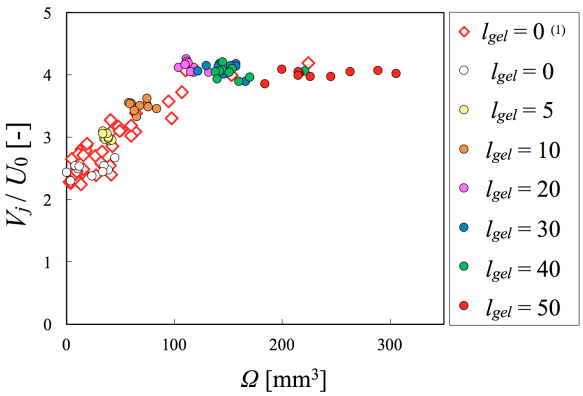


Fig.3 The maximum volume of the bubbles Ω vs. Speed increasing rate V_j / U_0 .

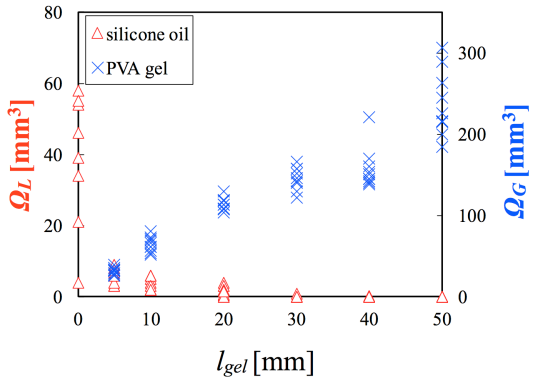


Fig.4 The height of PVA gel l_{gel} vs.
the maximum volumes of the cavitation in silicone oil
Ω_L and in PVA gel Ω_G.

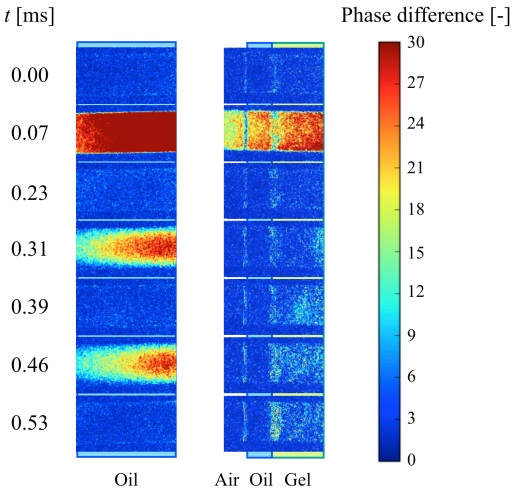


Fig.5 Snapshots of wave propagation taken by polarized camera. Color contour represents the phase difference.

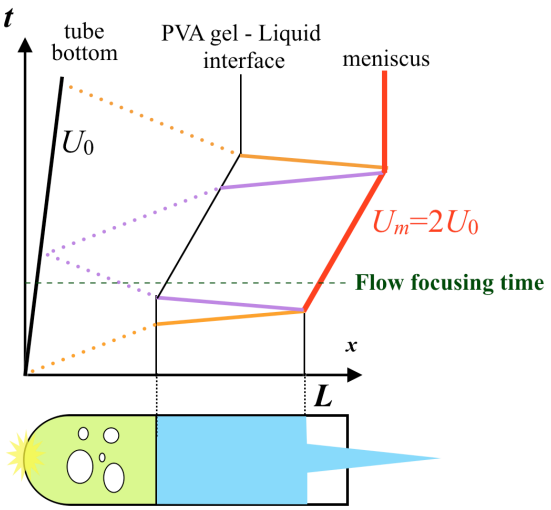


Fig.6 x-t diagrams with PVA gel and bubbles.

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション
[INP] インタラクティブセッション ショートプレゼンテーション
Interactive Session, Short Presentation
2018年6月21日(木) 10:00 〜 11:36 大ホール (けやき会館 一階)

[INP-16i] 回転スクリーンを用いた体積型立体表示 -3D像の視認性向上- Volumetric 3D Display System using Rotating Screen -Improvement of Visibility of 3D Image-

*武藤 建[1]、面谷 信[1]、藤川 知栄美[1] （1. 東海大学）
*Ken Muto[1], Makoto Omodani[1], Chiemi Fujikawa[1] （1. Tokai University）

近年,実用に供されている3次元表示装置の大半は両眼視差方式であり,立体像の側面等を回り込んでみることができない．対して,3次元に交点を配置する体積型立体表示方式は裸眼で全方位からの立体像観察が可能である．本研究では,体積型立体表示の実現方式として回転スクリーン方式を検討している．従来,立体像の見やすいスクリーンは,一方でスクリーン残像が空間に強い白濁り感をもたらす傾向がある．本報告では,投影立体像の全方位からの見やすさとスクリーン残像の白濁の少なさを両立するスクリーンを目指し,各スクリーンの評価を行った.

Popular three-dimensional displays which use binocular parallax can bring us three-dimensional image appearance that was observed usually from only a single view point. We have focused on volumetric 3D displays that can produce more realistic three-dimensional images with universal view point. We have suggested a novel method of volumetric 3D display, in which multi layers of section images are projected on a rotating spiral screen. In this study, we evaluated 3D image appearance when using various screens which has various optical properties.

回転スクリーンを用いた体積型立体表示
-3D 像の視認性向上-

武藤　建，面谷　信，藤川　知栄美

東海大学　大学院工学研究科　電気電子工学専攻

Volumetric 3D Display System using Rotating Screen
-Improvement of Visibility of 3D Image -

Ken Muto, Makoto Omodani, Chiemi Fujikawa

Course of Electrical and Electronic Engineering, Graduate School of Engineering, Tokai University

Popular three-dimensional displays which use binocular parallax can bring us three-dimensional image appearance that was observed usually from only a single view point. We have focused on volumetric 3D displays that can produce more realistic three-dimensional images with universal view point. We have suggested a novel method of volumetric 3D display, in which multi layers of section images are projected on a rotating spiral screen. In this study, we evaluated 3D image appearance when using various screens which has various optical properties.

１．背景

近年,3 次元表示技術は,様々な分野で注目されている．しかし,実用に供されている 3D 表示装置の大半は両眼視差方式であり,立体像の側面等を回り込んで見ることができない．これに対して,3 次元に光点を配置する体積型立体表示方式は裸眼で全方位からの立体像観察が可能である．本研究では,体積型立体表示の比較的簡易な実現方法として渦巻状の回転スクリーンに複数の断面像を照射する方式を検討している [1), 2)]．従来,立体像の見やすいスクリーンは,一方でスクリーン残像が空間に強い白濁感をもたらす傾向があった．本報告では,投影立体像の全方位からの見やすさとスクリーン残像の白濁の少なさを両立するスクリーンを目指し,様々な透過および散乱特性を持つスクリーン素材の比較評価を行った.

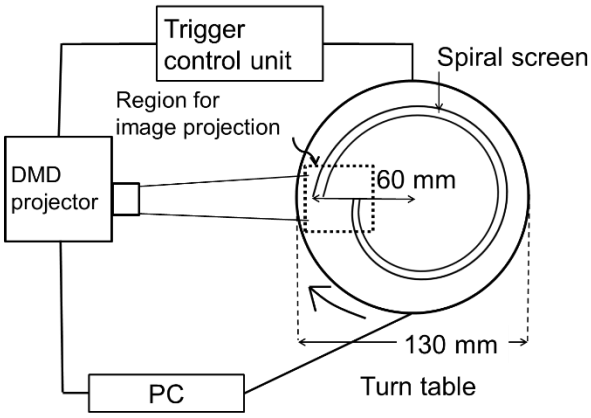


Fig. 1 Arrangement of the proposed 3D system

２．表示原理

Fig.1 に示すように,回転テーブル上に渦巻スクリーン [3)]（Fig. 2）を配置する．これを高速回転させ,プロジェクターからスクリーンに対し,その奥行位置に相当する断面像を Fig.3 のように順次照射する.高速回転による残像効果により,Fig.1 中に点線で示す空間領域に Fig.3 に示すような立体像を形成する．投影には高速応答の DMD（Digital Micro mirror Device）プロジェクターを用いることにより，2000 rpm で高速回転させるスクリーンに対する照射光の同期を可能としている.

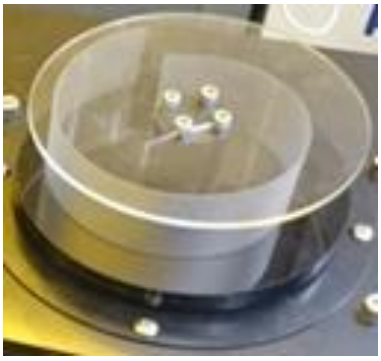


Fig. 2 Spiral screen

〒259-1292 神奈川県平塚市北金目 4-1-1
4-1-1 Kitakaname, Hiratsuka, Kanagawa, 259-1292, Japan
E-mail: 8beim049@mail.u-tokai.ac.jp

３．実験方法

本研究では,プロジェクタスクリーン用として入手可能な９種類のスクリーン素材(Fig.6, Table 2)を用いた際の投影性能の比較を行った．投影に用いたDMDプロジェクターにはR, G, Bの３個のLEDが搭載されているが,本実験では,そのうちの緑色 LEDのみを使用した．スクリーン全面にプロジェクター光を照射した時の,スクリーン面での最大照度は1130 lx(プロジェクターに最も遠い位置) ～1250 lx(プロジェクターに最も近い位置)である．実験条件をTable 1に示す．プロジェクター投影方向を0 deg.とした観察角度0～180 deg. の間で45 deg.毎(Fig.4)に立体像の評価(像が「とてもくっきり見える:5」)から「全く見えない:1」までの５段階回答を被験者(10 人)に求めた．さらに,スクリーンの白濁感の評価(白濁感が「全く気にならない:5」から「とても気になる:1」まで)の５段階回答を求めた(Table 3).

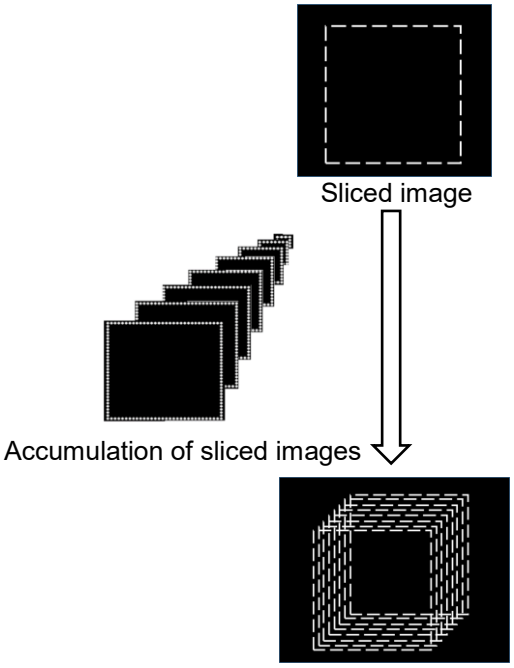


Fig. 3 Principle of volumetric 3D image formation

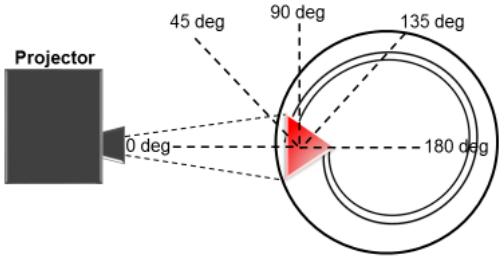


Fig. 4 Description of horizontal viewing angle

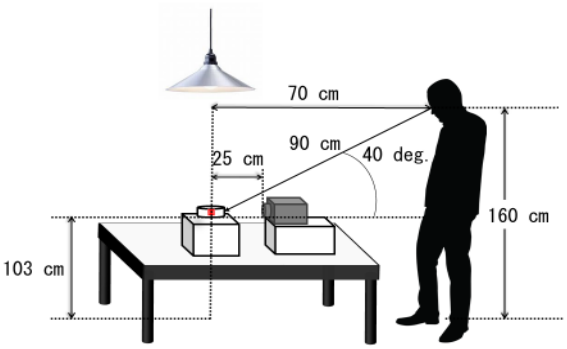


Fig. 5 Vertical viewing conditions

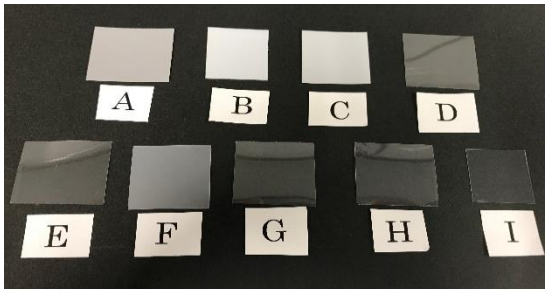


Fig. 6 Appearance of screens

Table 1 Experimental conditions

Room illuminance	0 [lx]
Illuminance on screen by the projected light	1130~1250 [lx]
Rotations speed	2000 [rpm]
Number of sliced images	64
Viewing angles	0~180 [deg.]
Subjects	10 [persons]

Table 2 Screens for evaluation

Screen	Tt: Total light transmittance (%)	Td: Diffuse transmittance (%)	Td/Tt: Diffusion ratio(%)
A	32.1	31.8	99.8
B	42.6	42.5	99.7
C	54.1	53.9	99.6
D	76.8	10.5	13.7
E	82.9	30.1	36.4
F	84.0	81.6	97.1
G	84.5	5.1	6.1
H	87.1	5.4	6.2
I	87.6	1.7	2.0

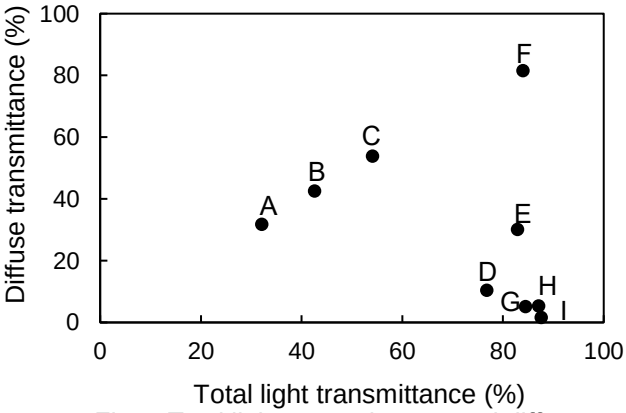


Fig. 7 Total light transmittance and diffuse transmittance of each screen

4．実験結果・考察

各スクリーンの全光線透過率(Tt)，拡散透過率(Td)の分布状況を Fig.7 に示す． 水平観察角度45°，垂直観察角度40°から確認した各スクリーンについて立体像の投影結果を Fig.8 に示す． 立体像の視認性とスクリーン残像の白濁感評価の観察角度依存性について各々Fig.9，Fig.10 に示す． 像視認性の主観評価の最大値と最小値の比率(Min/Max of Visibility)と全光線透過率および拡散比との関係を Fig.11，Fig.12 に示す． また，像視認性および白濁感の全観察角度平均について，全光線透過率(Tt)との関係を各々Fig.13，Fig.14 に，拡散比(Td/Tt)との関係を各々Fig.15，Fig.16 に示す．

Fig.11 より全光線透過率が高い程，像視認性の Min/Max 比は低下した． また，Fig.12 より拡散比が0%に近いとき像視認性の Min/Max 比は急低下が見られた．

Fig.13 より視認性は全光線透過率 80%以上で急激に低下が見られた． Fig.14 より全光線透過率が上がると白濁感の評価が向上した．Fig.15 より像の視認性は（用いたスクリーン素材の範囲内では）拡散比依存性はほぼ見られなかった．Fig.16 より拡散比が高いほど白濁感の評価は低下した．

Table 4 に各スクリーンの評価結果のまとめを示す． 像視認性(A)と白濁感(B)の総合評価(A+B)で評価すると，今回用いた素材中ではスクリーン G が最も高評価となった． ただし像の見えやすさの角度依存性の順位は前記総合評価順とは異なるので，別途考慮が必要である．

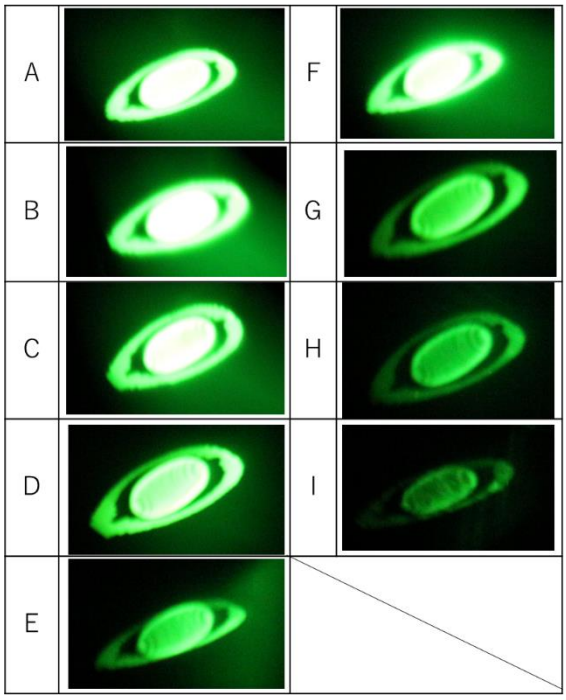


Fig. 8 3D Image appearance (Horizontal/Vertical viewing angle: 45 deg. /40 deg., Room Illuminance: 0 lx)

Table 3 Subjective evaluation of 3D image visibility and cloudiness

Score	image visibility	Cloudiness
5	Clearly visible	No annoyance
4	Visible	Almost no annoyance
3	Middle	Middle
2	Rather invisible	Rather annoying
1	Invisible	Annoying

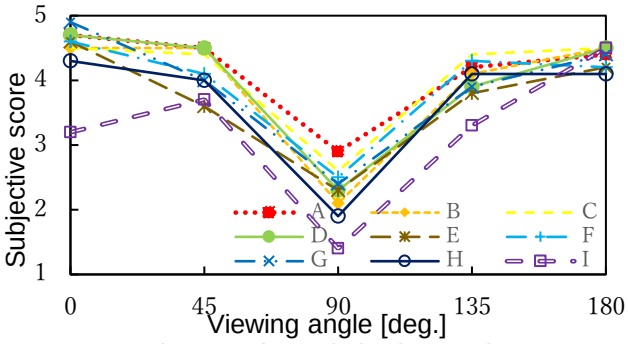


Fig. 9 Horizontal viewing angle dependance of 3D image visibility

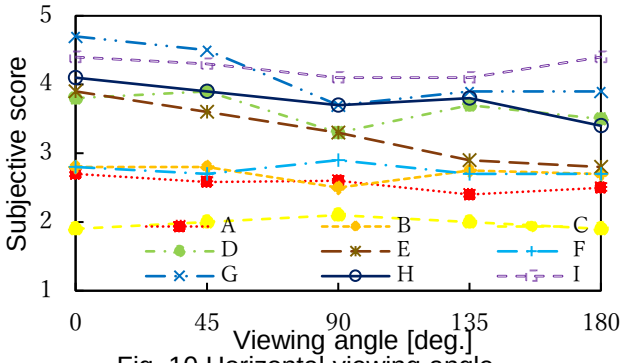


Fig. 10 Horizontal viewing angle dependance of cloudiness

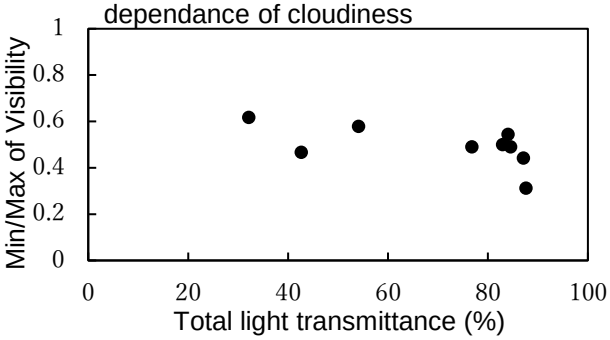


Fig. 11 Total light transmittance dependance of image visibility ratio

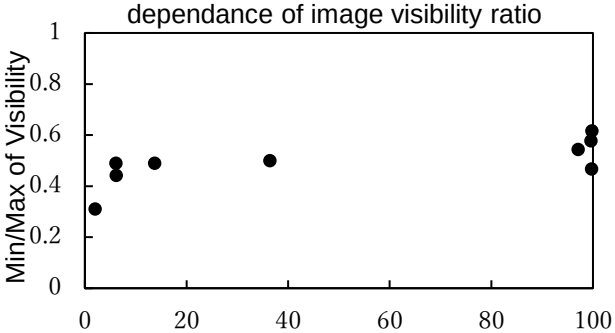


Fig. 12 Diffusion ratio dependance of image visibility ratio

５．まとめ

今回用いた 9 種類のスクリーン素材について本観察条件の範囲内で下記の結果を得た.

1. 全光線透過率 Tt は高くなるほど像の見やすさは低下し, またスクリーン残像の白濁感は目立たなくなった.
2. 光線拡散比(Td/Tt)の高低により像の見やすさは変化しなかったが, 高くなるほど白濁感の評価は低くなった.
3. 各スクリーンを用いた際, 像の視認性について全光線透過率, 拡散比は各々, 高くなるほど依存性が大きくなった.

すなわち, 本実験で用いた条件の範囲では全光線透過率 80%程度, 拡散比 5～20%程度とすれば像視認性, 白濁感とも評価約 4 以上の水準が得られることがわかった.

ただし本報告内容はプロジェクター輝度, 観察時の室内照度, プロジェクターとスクリーンの距離, 垂直方向の観察角度等を固定した場合の結果であり, 加えて材料の範囲が限られている. 今後, より広範な素材について輝度, 照度, 距離, 観察角度等の要因の影響をさらに詳しく調べる必要性がある.

謝辞

研究を進めるに当たり回転スクリーンの製作にご協力下さった（株）ユニオプトの高和 宏行氏, 守本雄氏に深く感謝します.

参考文献

1) S. Suzuki, C. Fujikawa, M. Omodani, “Volumetric 3D Display System using Rotating Screen -Relation between Screen Translucency and 3D Image Visibility-”, Proceeding of The 63th JSAP Spring Meeting, 21a-P1-1 (2016) [in Japanese].
2) S. Suzuki, C. Fujikawa, M. Omodani, “Volumetric 3D Display System using a Rotating Spiral Screen”, Proceeding of The 62th JSAP Spring Meeting, 12p-P1-5 (2015) [in Japanese].
3) S. Suzuki, C. Fujikawa, M. Omodani, “Volumetric 3D Display System -Evaluation of Flicker when using a Rotating Spiral Screen”, Proceedings of 1st ICAI, PB2-02 (2015).

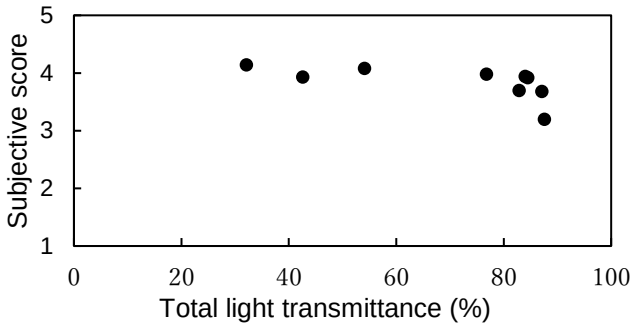


Fig. 13 Total light transmittance dependance of 3D image visibility

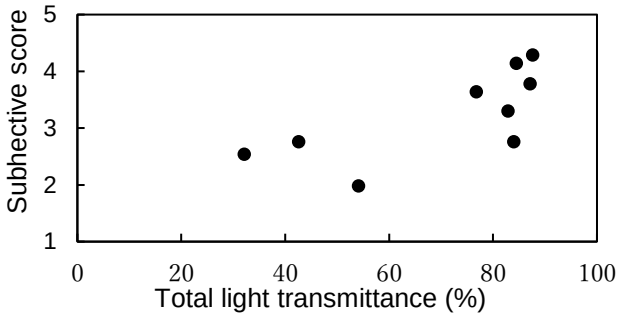


Fig. 14 Total light transmittance dependance of cloudiness

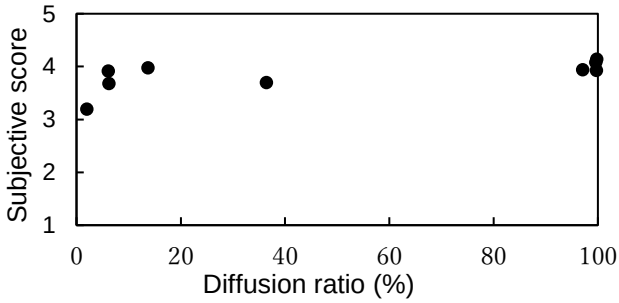


Fig. 15 Diffusion ratio dependance of 3D image visibility

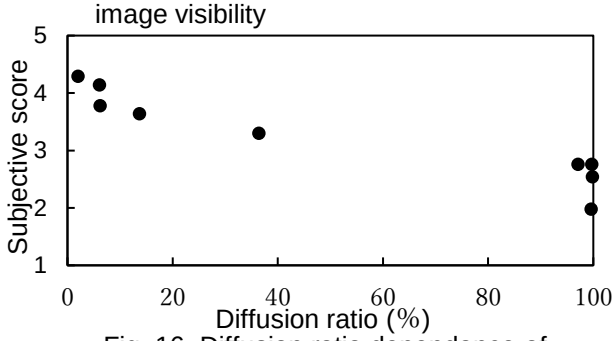


Fig. 16 Diffusion ratio dependance of cloudiness

Table 4 Summary of evaluation for screens

Screen	Image visibility score (A)	Cloudiness score(B)	Total score (A+B)	Min/Max of visibility
A	4.1	2.5	6.6	0.61
B	3.9	2.8	6.7	0.47
C	4.1	2.0	6.1	0.58
D	4.0	3.6	7.6	0.49
E	3.7	3.3	7.0	0.5
F	3.9	2.8	6.7	0.54
G	3.9	4.1	8.0	0.49
H	3.7	3.8	7.5	0.44
I	3.2	4.3	7.5	0.31

11:00 AM - 11:03 AM (Thu. Jun 21, 2018 10:00 AM - 11:36 AM Main Hall)

[INP-17p] Loss of Folding Endurance of Book Paper by Aged Deterioration of Books and its Causes

*Yukiko Mochizuki[1], Toshiharu Enomae[1] （1. Tsukuba University）

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション

[INP] インタラクティブセッション ショートプレゼンテーション Interactive Session, Short Presentation

2018年6月21日(木) 10:00 〜 11:36 大ホール (けやき会館 一階)

[INP-18i] 紙基板上に作製した分散型 ELの電気的な回路構造の評価 Evaluation of Electrical Circuit Structure of Powder Electroluminescent Device on Paper Substrate

*竹田 直樹[1]、佐藤 利文[1] （1. 東京工芸大学）
*Naoki Takeda[1], Toshifumi Satoh[1] （1. Tokyo Polytechnic University）

これまでの研究では、紙基板上に作製した分散型ELに対し高周波数印加時に、電流の増加の過程で2か所の変曲点が確認された。そのため、素子に印加する周波数を変化させた時の入力波形と出力波形の位相差の変化から電気的な回路構造との関係性を調査してきた。
本研究では、紙基板上に作製した分散型ELの電気的な回路構造を低周波数印加時から高周波数印加時のリサージュ図形の歪みと変化の傾向から検討する。

紙基板上に作製した分散型 EL の電気的な回路の評価

竹田　直樹*，佐藤　利文*

*東京工芸大学　大学院工学研究科　メディア工学専攻

Evaluation of Electrical Circuit Structure of Powder Electroluminescent Device on Paper Substrate

Naoki Takeda*, Toshifumi Satoh*

*Department of Media Engineering, Graduate School of Engineering, Tokyo Polytechnic University.

Powder EL(Electroluminescence) device is a flat light emitting device producible only in a printing process, without using semiconductor processes, such as a vacuum and plasma. In the research we have done so far, confirmed inflection point when high frequency is applied. In this research, evaluated of electric circuit structure of powder electroluminescent on paper substrate by lissajous figure, and researched relationship between electric circuit structure and inflection point. As result, the lissajous figure at the time of application of 500 Hz to 15 kHz was divided into three groups. Point to divide into three groups are approximately matched the inflection point.

１．はじめに

分散型 EL(Electroluminescence)は、真空やプラズマ等の半導体プロセスを使用せずに、印刷プロセスだけで作製可能な自発光型の平面発光素子である。印刷はダイレクトパターニングであり、必要な材料を必要な場所に刷るため、半導体プロセスと比較して、設備、材料、時間の全てのコストを軽減できる[1)]。また、コンデンサ成分を持つ分散型 EL では周波数の上昇とともに輝度が高くなることはよく知られており、容量リアクタンスが関係する電流の増加が輝度の上昇と密接な関わりを持っていると考えられている[2)]。

我々がこれまでに行ってきた研究では[1)3)]、受容層を形成した素子は、従来構造の素子と比較して電流が約 1.3 倍、発光輝度は約 1.5 倍の値が得られている。また、高周波数印加時に素子に流れる電流は 2 ヶ所の変曲点を経て増加することが明らかになっている。Fig.1 に周波数 15kHz 印加時、Fig.2 に 1kHz 印加時の I-V(電流-電圧)特性を示す。

本研究では、素子に対して周波数 500Hz～15kHz 印加時の電流や発光輝度の変化、入力電圧と出力電流のリサジュー図形から素子の電気的な回路構造の評価を行い、変曲点との関係性を検討した。また、紙を基板材料として使用し、全ての機能性材料を印刷プロセスでパターニングするため、従来の分散型 EL で発光側の透明電極として使用している ITO(Indium Tin Oxide)に変えて、有機透明電極材料である PEDOT:PSS を発光側の電極として使用した[1)]。

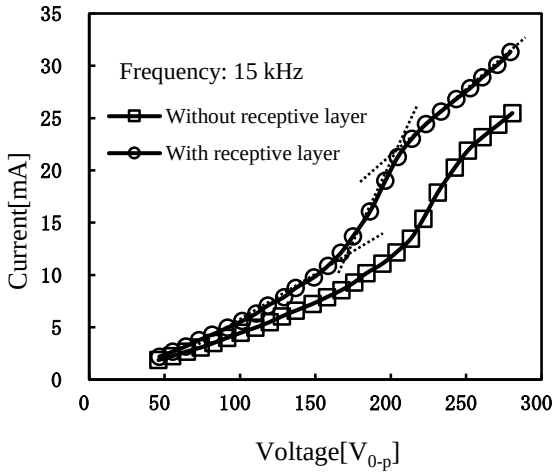


Fig.1 I-V characteristics at 15 kHz for powder EL device on paper substrate

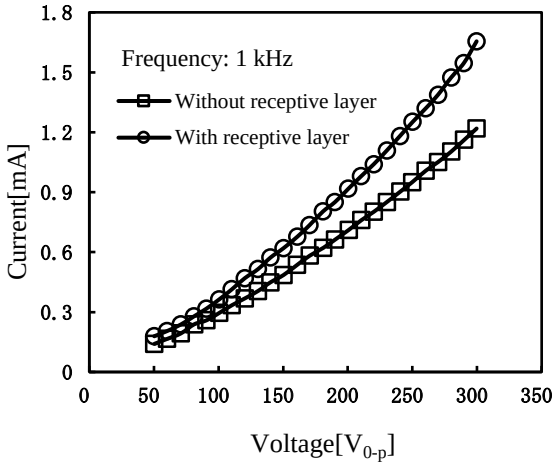


Fig.2 I-V characteristics at 1 kHz for powder EL device on paper substrate

＊〒243-0297 神奈川県厚木市飯山 1583
＊1583 Iiyama, Atsugi, Kanagawa 243-0297, Japan
e-mail: m1866001@st.t-kougei.ac.jp

２．素子の構造

本研究では、Fig.3 に示すボトムエミッション型の従来構造素子と、Fig.4 に示すような従来構造素子における基板材料と発光側電極との間に受容層を形成した素子を作製した。受容層は、基板材料である紙の表面の凹凸の平坦化と、電極間距離の均一化を目的として形成した。

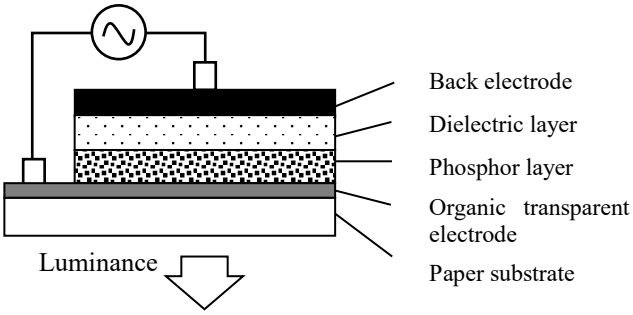


Fig.3 Structure of conventional powder EL device

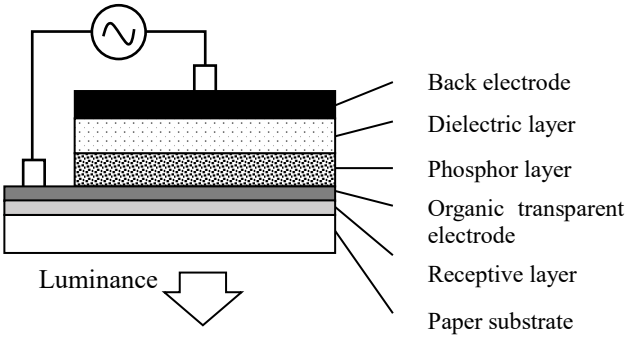


Fig.4 Structure of powder EL device with receptive layer

３．使用した材料と素子の作製

本研究ではトレーシングペーパーを基板として使用した。受容層を使用する場合には、基板の上に受容層を形成し、それ以降は従来素子の構造と同様に透明電極、蛍光体層、誘電体層、背面電極の順に機能性材料をスクリーン印刷法で積層して素子を作製した。

素子を構成する蛍光体層ならびに誘電体層は、高誘電性有機ポリマー中にそれぞれ ZnS 系蛍光体粒子、$BaTiO_3$ 誘電体粒子を分散させたものである。有機ポリマーには、誘電率の高いシアノエチルセルロース系の材料を使用した。また発光側の透明電極には有機透明電極 PEDOT:PSS、背面電極には銀ペーストを使用した。本研究に使用した機能性材料は、全てスクリーン印刷用に調整したものである。また、基板は一般に市販されているトレーシングペーパー(坪量 95g/㎡)を使用した。さらに、紙表面の平坦化を目的とする受容層には、紙との相性が良いシアノエチルセルロース系の材料を使用した [3)]。

４．結果及び考察

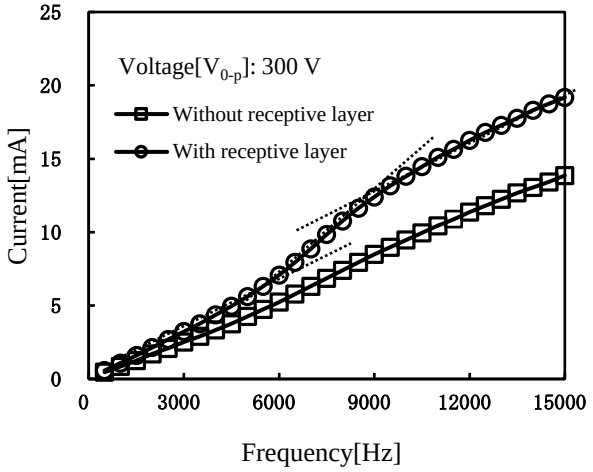


Fig.5 I-F characteristics at 300 V for powder EL device on paper substrate

Fig.5 に本研究で作製した素子の I-F (電流-周波数)特性を示す。電流値は、従来構造の素子では 14mA を示し、受容層を形成した素子では 6kHz、9kHz 付近の二ヶ所の変曲点を経て増加し、約 1.4 倍の 19mA を示した。

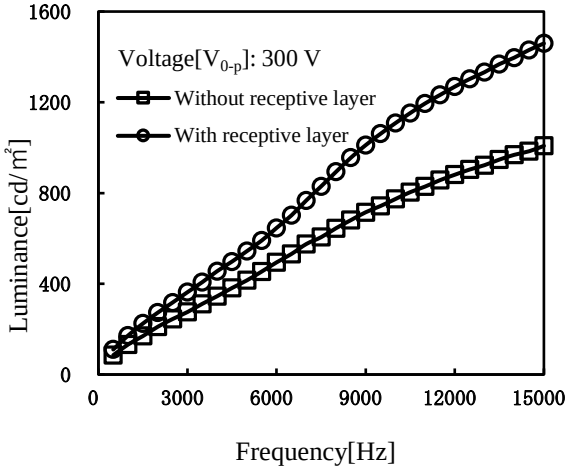
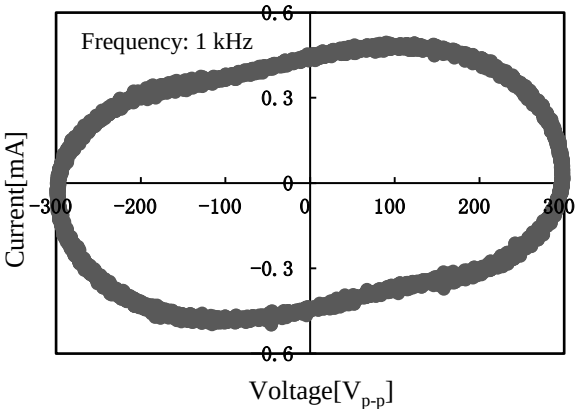
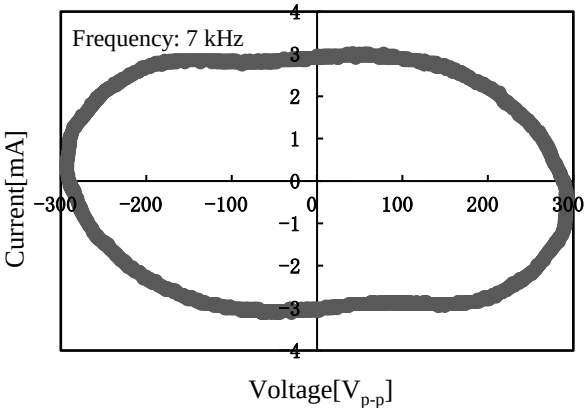


Fig.6 L-F characteristics at 300 V for powder EL device on paper substrate

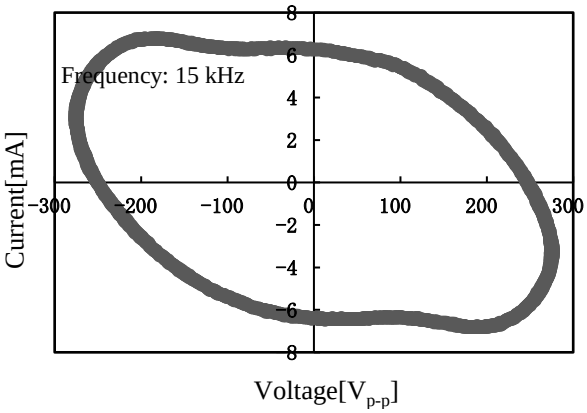
Fig.6 に本研究で作製した素子の L-F(輝度-周波数)特性を示す。発光輝度は、従来構造の素子では 1008cd/㎡を示し、受容層を形成した素子では約 1.5 倍の 1459cd/㎡を示した。



(a)



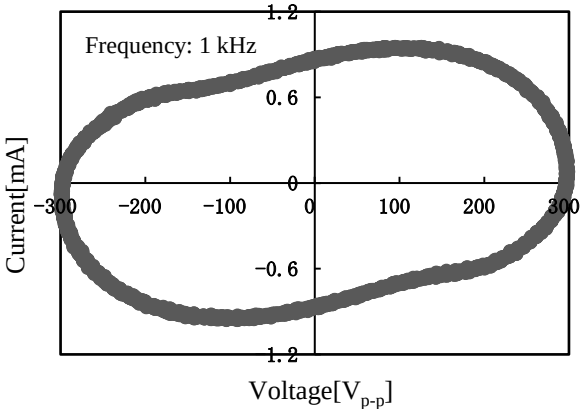
(b)



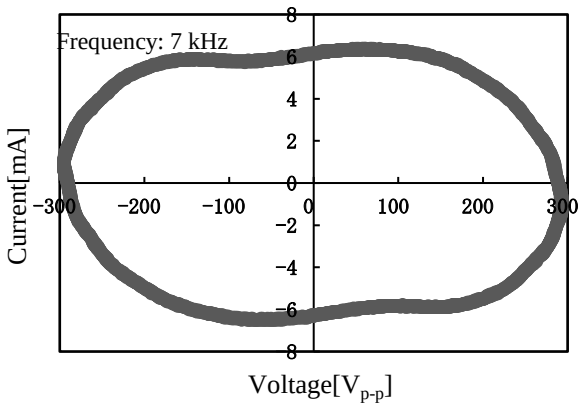
(c)

Fig.7 Lissajous figure at 1 kHz, 7 kHz, 15 kHz for powder EL device without receptive layer on paper substrate

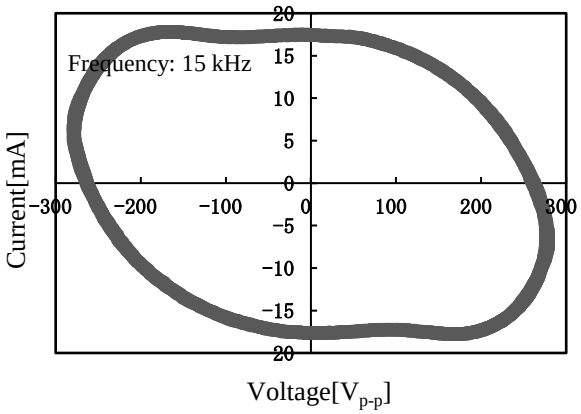
Fig.7 に従来構造の素子に対して周波数 1kHz(a)、7kHz(b)、15kHz(c)印加時のリサジュー図形を示す。



(d)



(e)



(f)

Fig.8 Lissajous figure at 1 kHz, 7 kHz, 15 kHz for powder EL device with receptive layer on paper substrate

Fig.8 には受容層を形成した素子に対して周波数 1kHz(d)、7kHz(e)、15kHz(f)印加時のリサジュー図形を示す。

周波数 1kHz 印加時には、従来構造の素子(a)、受容層を形成した素子(d)のどちらも右上に向かって楕円を描いていることから、コンデンサ成分に加えて抵抗成分が働いていることが考えられる。従来構造の素子では 500Hz、2kHz～4kHz 印加時に同様の形

を示し、受容層を形成した素子では 500Hz、2kHz～5kHz 印加時に同様の形を示した。

周波数 7kHz 印加時には、(b)、(e)のどちらも左右への歪みが少ないことから、コンデンサ成分が強く働いていることが考えられる。従来構造の素子では 5kHz、6kHz、8kHz 印加時に同様の形を示し、受容層を形成した素子では 6kHz、8kHz～10kHz 印加時に同様の形を示した。

周波数 15kHz 印加時には、(c)、(f)のどちらも 1kHz 印加時とは逆方向に歪みが強くなっていることが確認できる。これはコイル成分が持つ、周波数の上昇に伴い増加する誘導性リアクタンスの影響が顕著になっているためだと考えられる。従来構造の素子では 9kHz～14kHz 印加時に同様の形を示し、受容層を形成した素子では 11kHz～14kHz 印加時に同様の形を示した。

５．まとめ

受容層を形成した素子に対して、500Hz～5kHz 印加時には Fig.7 の(a)に示したように右上に向かって楕円を描いていることから、抵抗成分が働いていることが考えられる。6kHz～10kHz 印加時には Fig.7 の(b)に示したように歪みが少ないことから、コンデンサ成分が強く働いていることが考えられる。11kHz～15kHz 印加時には Fig.7 の(c)に示したように左上に向かって楕円を描いていることから、コイル成分が強くなっていることが考えられる。上記に示した 500Hz～15kHz 印加時のリサジュー図形を 3 つに分類する周波数の値と変曲点が発現した周波数の値がおおよそ一致した。このことから、素子にはコンデンサ成分、抵抗成分、コイル成分が存在し、それぞれの周波数の変化による電流の変化の違いが変曲点の発現に影響していると考えられる。

また、従来構造の素子の場合には受容層を形成した素子と比較して、リサジュー図形を 3 つに分類する周波数の値に違いはあったものの、同様の傾向を示した。

このことから、コンデンサ成分、抵抗成分、コイル成分の影響に加え、素子の電流の流れやすさも変曲点の発現に影響しているのではないかと考えられる。

参考文献

1) Naoki Takeda, Hiromi Tsubota, Toshifumi Satoh, “Formation of Receptive Layer Affects Luminescence Properties of Powder Electroluminescent Device”, Proceedings of the 119th Annual Conference of the Imaging Society of Japan (Imaging Conference JAPAN 2017), pp29-31(2017) [in japan].
2) Toshifumi Satoh, Takeshi Nakatsuta, Keisuke Tsuruya, Tohru Tamura, Hiroyuki Tango, “Electrical Properties of Distributed-Type Inorganic EL Panel for Two-Side Emission”, Journal of Printing Science and Technology, Vol.43, No.6, pp.436-440(2006) [in Japanese].
3) Hiromi Tsubota, Toshifumi Satoh, “Powder Electroluminescent Device Made on Receptive Layer on Paper Substrate”, Proceedings of the 117th Annual Conference of the Imaging Society of Japan (Imaging Conference JAPAN 2016), pp.65-67(2016) [in Japanese].

11:06 AM - 11:09 AM (Thu. Jun 21, 2018 10:00 AM - 11:36 AM Main Hall)

[INP-19f] Inside Imaging of Kasuga Tumulus by Muon-radiography

*Katsumi ISHIGURO[1], Kiyohide SAITO[1], Masahiko HIRATA[2], Mitsuhiro NAKAMURA[3], Kunihiro MORISHIMA[3], Akira NISHIO[3] （1. Archaelogical institute of Kashihara, Nara prefecture, 2. Ikaruga-cho Board of Education, 3. Nagoya University）

11:09 AM - 11:12 AM (Thu. Jun 21, 2018 10:00 AM - 11:36 AM Main Hall)

[INP-20p] Proposal of Integrated Analysis System for Retinal Fundus Images and Classification of Retinal Areas Using Spatial Frequency

*Toshio Modegi[1] （1. Dai Nippon Printing Co., Ltd.）

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション

[INP] インタラクティブセッション ショートプレゼンテーション Interactive Session, Short Presentation

2018年6月21日(木) 10:00 〜 11:36 大ホール (けやき会館 一階)

[INP-21i] 溶液プロセスによる短チャネル有機トランジスタの高移動度化：MoO_3塗布注入層を用いた接触抵抗低減 Enhanced Mobility in Solution-Processed Short-Channel Organic Transistors: Reduction of Contact Resistances using Spin-Coated MoO_3 Injection Layers

*饗庭 智也[1]、永瀬 隆[1,2]、小林 隆史[1,2]、貞光 雄一[3]、内藤 裕義[1,2] （1. 大阪府立大学、2. 大阪府立大分子エレクトロニックデバイス研、3. 日本化薬(株)）

*Tomoya Aiba[1], Takashi Nagase[1,2], Takashi Kobayashi[1,2], Yuichi Sadamitsu[3], Hiroyoshi Naito[1,2] （1. Osaka Pref. Univ. , 2. RIMED, 3. Nippon Kayaku Co., Ltd.）

有機電界効果トランジスタ (OFET) のディスプレイ、論理回路等への応用には、チャネル長 5 m の短チャネル素子での実効移動度の向上が重要な指標となる。本研究では、正孔ドープ層として用いられるMoO_3注入層を塗布形成しUV/O_3処理を施すことで、短チャネルトップゲートdioctylbenzothienobenzothiophene (C_8-BTBT) OFETにおいて、飽和移動度は最高で1.4 cm^2/Vs、線形移動度では2.7 cm^2/Vsの高い実効移動度が得られることが分かった。また、接触抵抗は0.4 kΩcm (V_G = -30 V) となり、素子作製後1か月以上経過しても安定動作が可能であることが分かった。

溶液プロセスによる短チャネル有機トランジスタの高移動度化: MoO_3 塗布注入層を用いた接触抵抗低減

饗庭 智也*, 永瀬 隆*,**, 小林 隆史*,**,
貞光 雄一***, 内藤 裕義*,**

*大阪府立大学　大学院工学研究科　電子・数物系専攻
**大阪府立大学　分子エレクトロニックデバイス研究所
***日本化薬株式会社 研究企画部

Enhanced Mobility in Solution-Processed Short-Channel Organic Transistors: Reduction of Contact Resistances using Spin-Coated MoO_3 Injection Layers

Tomoya Aiba*, Takashi Nagase*,**, Takashi Kobayashi*,**, Yuichi Sadamitsu*** and Hiroyoshi Naito*,**

*Department of Physics and Electronics, Osaka Prefecture University
**The Research Institute for Molecular Electronic Devices (RIMED), Osaka Prefecture University
***R&D Planning Division, Nippon Kayaku Co., Ltd.

We have investigated the electrical characteristics of dioctylbenzothienobenzothiophene (C_8-BTBT)-based top-gate organic field-effect transistors (OFETs) having solution-processed MoO_3 injection layers. By treating with UV/O_3 to solution-processed MoO_3 injection layers, channel-width normalized contact resistance is remarkably reduced to 0.4 kΩcm at V_G= −30 V, and the hole injection characteristics are better than that of Au electrode modification with pentafluorobenzenethiol. Top-gate C_8-BTBT FET devices with channel length of 5 μm exhibit high effective mobilities up to 1.4 and 2.7 cm^2/Vs in saturation and linear regimes, respectively. The obtained results indicate that hole doping to C_8-BTBT layers by UV/O_3-treated MoO_3 contributes strongly to the reduction in the access resistance of top-gate C_8-BTBT FETs.

１．はじめに

有機トランジスタは活性層に有機半導体薄膜を用いた電界効果トランジスタ (FET) であり、塗布や印刷等の溶液プロセスを用いた低コスト作製が可能である。加えて軽量でフレキシブルであるという特長を有するため、フレキシブルディスプレイや低コスト無線情報タグ、大面積センサなどへの応用が期待されている。近年、有機 FET の電界効果移動度は飛躍的に向上し、特に可溶性の有機半導体を用いた p 型有機 FET では、10 cm^2/Vs を越える高い移動度が達成されている [1-4]。

しかしながら、有機 FET の電界効果移動度は接触抵抗により大きく制限されることが知られており [5]、短チャネル素子での実効的な移動度の向上は依然として OFET の実用化に際しての重大な課題となっている [6]。接触抵抗は、電極／有機半導体界面の注入障壁による抵抗成分と電極からチャネルまでの半導体バルク領域による抵抗成分 (アクセス抵抗) に大別される。トップゲート／ボトムコンタクト構造を有する有機 FET は、ソース-ドレイン電極の微細加工が可能であり、電極／有機半導体界面の注入障壁の影響を受けにくいことから、有機論理回路の応用に向けた研究開発が近年盛んに行われているが、短チャネル素子の高移動度化にはアクセス抵抗の低減が求められている。

p 型有機 FET のアクセス抵抗の低減には、正孔ドープ層として働く MoO_3 や WO_3 などの酸化物半導体が利用されているが [7,8]、正孔ドープ能は酸化物半導体の伝導帯端準位と p 型有機半導体の最高被占有分子軌道 (HOMO) の位置に左右され、深い HOMO 準位を有する p 型有機半導体では有効に正孔ドープが行われないことが報告されている [9]。

本研究では、2,7-dioctyl[1]benzothieno[3,2-b][1]benzothiophene (C_8-BTBT) を用いた塗布型トップゲート有機 FET において、塗布形成した MoO_3 正孔注入層 [10,11] に対する UV/O_3 処理の効果を調べた [12]。トップゲート C_8-BTBT FET の接触抵抗は、UV/O_3 処理を施した MoO_3 塗布層による半導体層への正孔ドーピング効果によって減少し、短チャネル素子で 1 cm^2/Vs を超える高い実効移動度が得られることが分かったので報告する。

＊〒599-8531 大阪府堺市中区学園町 1-1
＊1-1 Gakuen-cho, Naka-ku, Sakai, Osaka, 599-8531, Japan
e-mail:tomoya.aiba.oe@pe.osakafu-u.ac.jp (Tomoya Aiba)

２．実験

図 1 に作製したトップゲート／ボトムコンタクト C_8-BTBT FET の素子構造を示す。ソース-ドレイン電極のパターニングはフォトリソグラフィとリフトオフより行い、洗浄した高ドープ Si/SiO_2 ウェハ基板上に Cr を密着層 (2 nm 厚) とする Au 対向電極 (30 nm 厚) を真空蒸着により形成した。

MoO_3 粉末を超純水に濃度 0.1 wt%で溶解させ 80 ℃で一晩攪拌させた後、作製した電極基板上に大気下でスピンコート法により製膜し、10 分間真空下で 100 ℃の熱処理乾燥を行うことで、正孔注入層を形成した。UV/O_3 処理を施した後、基板上にクロロベンゼンに濃度 1 wt%で溶解させた C_8-BTBT をスピンコートすることで半導体層を形成した。溶媒を乾燥させた後、フッ素系絶縁性高分子 CYTOP (CTL-809M、旭硝子) をスピンコートすることでゲート絶縁膜を形成した。CYTOP 膜上に Al ゲート電極を真空蒸着により形成し、MoO_3 注入層を有するトップゲート／ボトムコンタクト FET 素子を作製した。チャネル幅 W は 1.5 mm、チャネル長 L は 5~100 μm とし、CYTOP ゲート絶縁膜の膜厚 d は 300 nm 程度である。有機半導体及び絶縁体の製膜と特性測定は窒素雰囲気下で行った。

また、UV/O_3 処理のみを施した Cr/Au ソース-ドレイン電極及び Au 表面を pentafluorobenzenethiol (PFBT) 自己組織化単分子膜 [5] で化学修飾することで正孔注入層を形成した Cr/Au ソース-ドレイン電極を有するトップゲート C_8-BTBT FET を作製し、移動度や接触抵抗の比較を行った。

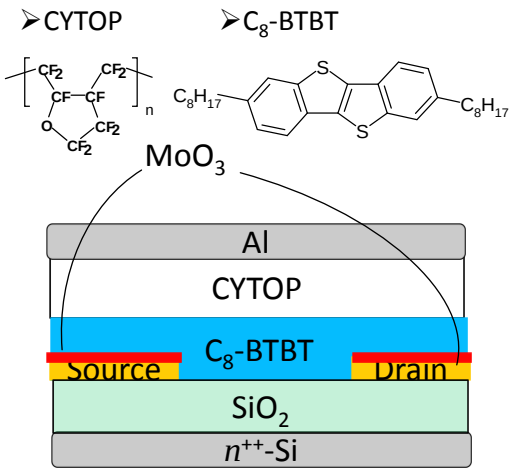


Fig. 1 Device structure of top-gate C_8-BTBT FET and chemical structure of CYTOP and C_8-BTBT.

３．結果

図 2 に UV/O_3 処理時間の異なる MoO_3 塗布注入層を有するチャネル長 5 μm の素子の伝達特性を示す。ドレイン電流 I_D は MoO_3 注入層への UV/O_3 処理時間と共に大きく増加し、移動度は 1 時間以上の処理で飽和することが分かった。同図より UV/O_3 処理を増加させることで、オフ電流が増加し、閾値電圧が正側にシフトしていることが分かる。これは半導体層の抵抗が減少していることを示しており、MoO_3 層に UV/O_3 処理を施すことで、深い HOMO 準位 を有する C_8-BTBT (5.8 eV) への正孔ドーピングが促進されることが分かった。

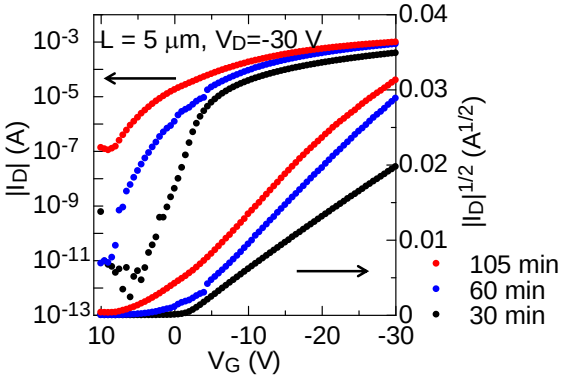


Fig. 2 Transfer characteristics of top-gate C_8-BTBT FET with L = 5 μm using UV/O_3 -treated MoO_3 hole injection layers at different UV/O_3 treatment times.

図 3 に UV/O_3 処理を 60 分間施した短チャネル素

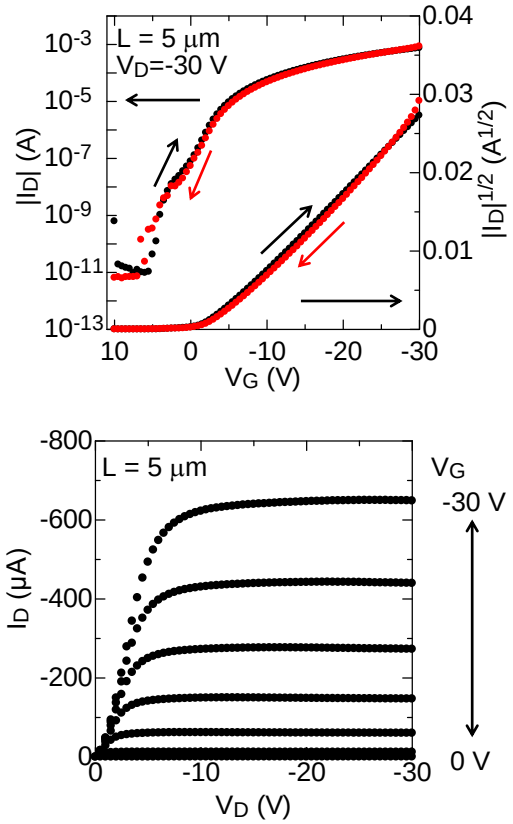


Fig. 3 Transfer and Output characteristics of top-gate C_8-BTBT FET with L = 5 μm using UV/O_3 -treated MoO_3 hole injection layer.

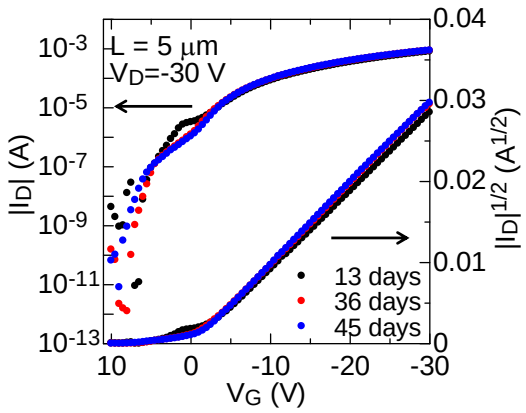


Fig. 4 Transfer characteristics of top-gate C_8-BTBT FET with L = 5 μm using UV/O_3 -treated MoO_3 injection layer measured at 13, 36 and 45 days just after the fabrication of the OFETs.

子の飽和領域の伝達特性と出力特性を示す。出力特性は明瞭な飽和領域を有し、伝達特性はゲート電圧の掃引に対するヒステリシスを殆ど示さず、10^7 以上の on/off 比を示す良好な FET 特性が得られることが分かった。また、図 4 に示す様に伝達特性は素子作製後 1 ケ月以上経過しても変化せず、安定に動作することが分かった。

図 5 に線形領域と飽和領域の電界効果移動度のチャネル長依存性を示す。また、表 1 に異なる正孔注入層を有する素子のチャネル長 5 μm の平均及び最高移動度を示す。UV/O_3 処理を施した MoO_3 注入層を用いた短チャネル素子の移動度は、飽和領域で平均 1.1 cm^2/Vs、最高 1.4 cm^2/Vs、線形領域で平均 2.5 cm^2/Vs、最高 2.7 cm^2/Vs と高い値を示した。特に、有機 FET に一般的に用いられている PFBT 正孔注入層を有する短チャネル素子と比べて、2 倍以上の移動度向上が可能となることが分かった。

Table. 1 Saturation (V_D = −30 V) and linear (V_D = −3 V) mobilities of top-gate C_8-BTBT FETs using different hole injection layers.

Hole injection layer	Mobility (cm^2/Vs)			
	Sat. Ave.	Sat. Max.	Lin. Ave.	Lin. Max.
UV/O_3-treated MoO_3	1.1	1.4	2.5	2.7
PFBT	0.43	0.47	1.1	1.2
None	0.32	0.41	0.74	0.90

UV/O_3 処理を施した MoO_3 注入層を有する素子の接触抵抗を Transmission line method (TLM) を用いて評価した (図 6)。MoO_3 注入層を用いた素子の接触抵抗のゲート電圧 V_G = −30 V で 0.4 kΩcm と得られた。この値は、PFBT を用いた素子 (2.1 kΩcm) や UV/O_3 処理を施した Au 電極のみを有する素子 (3.7 kΩcm) と比べて低く、UV/O_3 処理した MoO_3 注入層を有する短チャネル素子での高い移動度は接触抵抗の減少に由来したものであることが分かった。

ソース電極と有機半導体層の注入障壁に関する知見を得るため、ケルビンプローブ力顕微鏡 (KFM) 及び紫外光電子分光法 (UPS) を用いて、各電極の仕事関数を評価した。なお KFM 測定では、Pt コートカンチレバーの仕事関数は文献値 [13]より 5.05 eV とすることで仕事関数を決定した。図 7 に得られた仕事関数と各素子の接触抵抗の関係を示す。UV/O_3 処理を施した MoO_3 注入層の仕事関数は PFBT を有する Au 電極に比べて小さく、C_8-BTBT の HOMO 準位 (5.8 eV) への正孔注入に対するエネルギー障壁は高

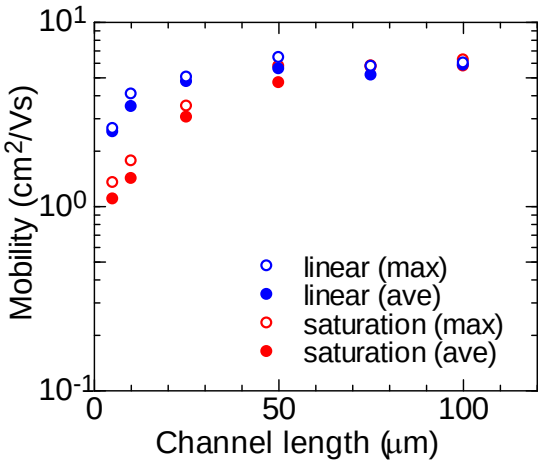


Fig. 5 Channel-length dependence of field-effect mobilities of top-gate C_8-BTBT FETs using UV/O_3 -treated MoO_3 injection layer in saturation (V_D =−30 V) and linear (V_D = −3 V) regions.

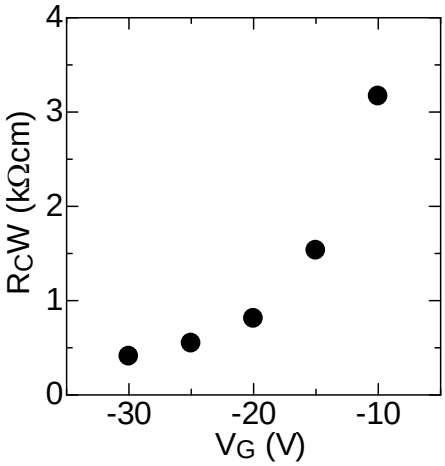


Fig. 6 Gate-voltage (V_G) dependence of channel-width normalized contact resistances of top-gate C_8-BTBT FET using UV/O_3-treated MoO_3 injection layer.

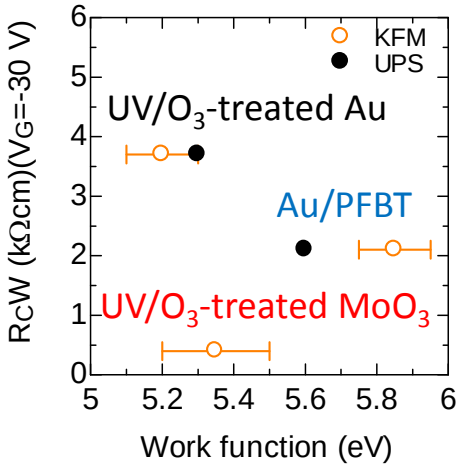


Fig. 7 Channel-width normalized contact resistance versus work function of the source electrode using different hole injection layers.

いが、より低い接触抵抗を示していることが分かる。得られた結果は UV/O_3 処理した MoO_3 注入層を有する素子では電極上からチャネルまでのアクセス抵抗が低減していることを強く示唆しており、図 2 で見られた C_8-BTBT 層への正孔ドーピングに主に起因したものと考えられる。また、接触抵抗が大幅に減少していることから、有機半導体への正孔ドープによるフェルミ準位の変化に由来した注入障壁の低下[14] も関与している可能性もある。

4．まとめ

本研究では、チャネル長 5 μm の塗布型トップゲート C_8-BTBT FET の接触抵抗の低減及び高移動度化を目的とし、MoO_3 塗布注入層に対する UV/O_3 処理の効果を調べた。MoO_3 注入層に 1 時間程度の UV/O_3 処理を施すことで、短チャネル領域の実効移動度が大きく改善され、チャネル長 5 μm の素子において飽和領域で 1.4cm^2/Vs、線形領域で 2.7 cm^2/Vs までの高移動度化が可能であることが分かった。接触抵抗は PFBT 正孔注入層を用いた場合よりも低く、0.4 kΩcm (V_G = −30 V) まで低減できることが分かった。この様な接触抵抗の低減は UV/O_3 処理した MoO_3 注入層による C_8-BTBT 層への正孔ドーピング効果の促進によるアクセス抵抗の減少に由来したものと考えられる。

謝辞

本研究は、科学研究費助成金 (17H03238, 17H01265) 及び (一財) テレコム先端技術研究支援センター (SCAT) の助成を受けたものであり、関係者各位に深く感謝を致します。また、UPS による仕事関数測定にご協力いただいた北村雅季教授 (神戸大学) に感謝の意を表します。

参考文献

1) H. Minemawari, T. Yamada, H. Matsui, J. Tsutsumi, S. Haas, R. Chiba, R. Kumai, T. Hasegawa: Inkjet printing of single-crystal films, Nature, **475**, 364 (2011).

2) Y. Yuan, G. Giri, A. L. Ayzner, A. P. Zoombelt, S. C. B. Mannsfeld, J. Chen, D., Nordlund, M. F. Toney, J. Huang and Z. Bao: Ultra-high mobility transparent organic thin film transistors grown by an off-centre spin-coating method, Nature Commun., **5**, 3005 (2014).

3) C. Mitsui, T. Okamoto, M. Yamagishi, J. Tsurumi, K. Yoshimoto, K. Nakahara, J. Soeda, Y. Hirose, H. Sato, A. Yamano, T. Uemura, and J. Takeya: High-performance solution-processable N-shaped organic semiconducting materials with stabilized crystal phase, Adv. Mater., **26**, 4546 (2014).

4) H. Iino, T. Usui, and J. Hanna: Liquid crystals for organic thin-film transistors, Nat. Commun., **6**, 6828 (2015).

5) M. Kitamura, Y. Kuzumoto, W. Kang, S. Aomori, and Y. Arakawa: High conductance bottom-contact pentacene thin-film transistors with gold-nickel adhesion layers, Appl. Phys. Lett., **97**, 033306 (2010).

6) K. Fukuda and T. Someya: Recent progress in the development of printed thin-film transistors and circuits with high-resolution printing technology, Adv. Mater., **29**, 1602736 (2017).

7) T. Matsushima, Y. Kinoshita, and H. Murata: Formation of ohmic hole injection by inserting an ultrathin layer of molybdenum trioxide between indium tin oxide and organic hole-transporting layers, Appl. Phys. Lett., **91**, 253504 (2007).

8) J. Meyer, S. Hamwi, M. Kröger, W. Kowalsky, T. Riedl, and A. Kahn: Transition metal oxides for organic electronics: Energetics, device physics and applications, Adv. Mater., **24**, 5408 (2012).

9) M.C. Gwinner, R.D. Pietro, Y. Vaynzof, K.J. Greenberg, P.K.H. Ho, R.H. Friend, and H. Sirringhaus: Doping of organic semiconductors using molybdenum trioxide: a quantitative time-dependent electrical and spectroscopic study: Adv. Funct. Mater., **21**, 1432 (2011).

10) D. Kumaki, Y. Fujisaki, and S. Tokito: Reduced contact resistance and highly stable operation in polymer thin-film transistor with aqueous MoO_x solution contact treatment, Org. Electron., **14**, 475 (2013).

11) X. Liu, M. Kanehara, C. Liu, K. Sakamoto, T. Yasuda, J. Takeya, and T. Minari: Spontaneous patterning of high-resolution electronics via parallel vacuum ultraviolet, Adv. Mater., **28**, 6568 (2016).

12) T. Aiba, S. Sanda, T. Nagase, T. Kobayashi, Y. Sadamitsu, and H. Naito: Effect of solution-processed MoO_3 injection layers on the device characteristics of top-gate organic transistors, Abstracts of the 14th Thin-Film Materials and Devices Meeting, 155 (2017). [in Japanese]

13) N. Sato, S. Katori, K. Kobayashi, K. Matsushige, and H. Yamada: Surface potential measurement of organic multi-layered films on electrodes by kelvin probe force microscopy : IEICE Trans. Electron, **E98–C**, 91 (2015).

14) M. Zhou, L.-L. Chua, R.-Q. Png, C.-K. Yong, S. Sivaramakrishnan, P.-J. Chia, A.T.S. Wee, R.H. Friend, and P.K.H. Ho: Role of δ-hole-doped interfaces at ohmic contacts to organic semiconductors: Phys. Rev. Lett., **103**, 036601 (2009).

11:15 AM - 11:18 AM (Thu. Jun 21, 2018 10:00 AM - 11:36 AM Main Hall)

[INP-22f] Improvement of Brightness for Color Images Using Reversible Data Hiding

*Kotoko HIRAOKA[1], Shoko IMAIZUMI[1] (1. Chiba University)

11:18 AM - 11:21 AM (Thu. Jun 21, 2018 10:00 AM - 11:36 AM Main Hall)

[INP-23p] A Simple Color-vision Test Pattern for Determining the Type and Degree of Color Deficiency

*Masaki Nose[1], Aya Oohira[2], Yoshihiko Azuma[3], Keiji Uchikawa[4] (1. Ricoh Company Ltd., 2. Otake Ganka, 3. Tokyo Polytechnic University, 4. Kanagawa Institute of Technology)

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション

[INP] インタラクティブセッション ショートプレゼンテーション
Interactive Session, Short Presentation

2018年6月21日(木) 10:00 〜 11:36 大ホール (けやき会館 一階)

[INP-24i] 交流インピーダンス法による pn接合型有機半導体積層膜の電荷輸送特性解析
Charge Transport Properties of PN Junction Type Organic Semiconductor Film Analyzed by AC Impedance Spectroscopy

*南田 瑛介[1]、中村 一希[1]、小林 範久[1] （1. 千葉大学）
*Eisuke Minamida[1], Kazuki Nakamura[1], Norihisa Kobayashi[1] （1. Chiba University）

有機半導体は、電子写真感光体や有機EL、有機TFTなど種々のデバイスで用いられている。これらのデバイスは有機半導体層を積層した構造を有しており、それら有機層界面における電荷輸送機構の解明は素子特性向上のために重要である。本研究では、インピーダンス分光法による有機半導体積層膜における電荷輸送機構の解明を目指した。

Organic semiconductors are widely applied in various devices such as electro photo graphic systems, organic light emitting diode, and organic thin-film transistors. These devices have multilayered structure of the organic semiconductor films. Therefore, understanding of the charge transporting mechanism at the interface of organic layers is still important subject for improvement of the device performance. In this research, we aimed analysis of the charge transporting mechanism at the multilayered organic semiconductor film, by using impedance spectroscopy.

交流インピーダンス法による pn 接合型有機半導体積層膜の電荷輸送特性解析

南田　瑛介*，中村　一希*，小林　範久*
*千葉大学　大学院　工学研究院

Charge transport properties of pn junction type organic semiconductor film analyzed by AC impedance spectroscopy

Minamida Eisuke*, Nakamura Kazuki*, and Kobayashi Norihisa*
*Graduate school of Engineering, Chiba University

Organic semiconductors are widely applied in various devices such as electrophotographic systems, organic light emitting diode, and organic thin-film transistors. These devices have multilayered structure of the organic semiconductor films. Therefore, understanding of the charge transporting mechanism at the interface of organic layers is still important subject for improvement of the device performance. In this research, we aimed analysis of the charge transporting mechanism at the multilayered organic semiconductor film, by using impedance spectroscopy.

１．緒　　言

有機半導体は、無機半導体と比較し軽量・フレキシブルであることから電子写真感光体や有機 EL、有機 TFT など様々な有機薄膜デバイスに応用されている。これらのデバイスは有機半導体層を積層した構造を有しており、それら有機層界面における電荷輸送機構の解明は素子特性向上のために重要である。従来より、有機半導体層におけるキャリア移動度の測定には、過渡光電流波形の観察を行う Time of Flight 法 [1]と呼ばれる手法が多く用いられてきたが、光刺激による素子の劣化や厚膜の試料が必要といった問題点があった。

そこで近年注目されている電荷輸送特性の解析手法が交流インピーダンス法 [2]である。この手法では、微小交流電圧に対する応答電流信号の電流振幅ならびに入力信号との位相差から測定素子のインピーダンスを算出し、それを実軸が抵抗値、虚軸がリアクタンスとしてプロットすることでスペクトルとして表す。これらのインピーダンススペクトルに対して等価回路を決定することで、測定素子の抵抗やキャパシタンスなどを算出することが可能となり、有機薄膜の劣化機構やキャリア移動度、再結合の評価などを非破壊で行うことが可能となる。

しかし、この手法はホール、エレクトロン両者を注入、移動できる積層型素子や実素子に対して十分に適用されているわけではない。そこで、本研究では、交流インピーダンス法による有機半導体積層膜における電荷輸送機構の解明を目指し、pn 接合型有機 EL 素子を構築して p 型、n 型有機半導体界面における電荷挙動の解析を試みた。

２．実　　験

ITO 電極上に PEDOT:PSS 水溶液と 2-プロパノールの混合溶液を滴下し、PEDOT:PSS 膜をスピンコート法により製膜した。熱真空乾燥後、この PEDOT:PSS 膜上に m-TPD/Bisphenol-A-polycarbonate 複合膜(重量比 4:6)を 1,2-ジクロロエタン溶液を用いたスピンコート法により製膜し、真空乾燥させた。その後 Al を対向電極として真空蒸着し、ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Al 素子を作製した。また、同素子の m-TPD 分散膜上にアルミキノリニウム錯体 (Alq_3)、Al を順に真空蒸着した ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Alq_3/Al 素子も作製した。Fig. 1 に、作製した両素子のエネルギーダイアグラムを示す。インピーダンス測定(AC = 0.1 V)は ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Al 素子および ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Alq_3/Al 素子に対し常温・真空プローバ中、直流電圧(0~40V)印加下において行った。印加電圧は、Al 電極に対する ITO 電極の電圧として示す。

〒263-8522 千葉県千葉市稲毛区弥生町１－３３
1-33, Yayoicho, Inage-ku, chiba-shi, chiba, 263-8522 Japan
e-mail: koban@faculty.chiba-u.jp

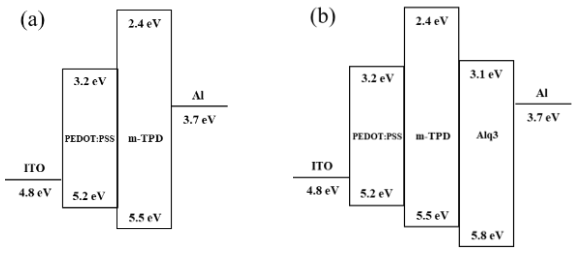


Fig. 1 Schematic energy diagrams (a) the ITO/PEDOT:PSS/m-TPD/Al cell and (b) the ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Alq_3/Al cell

3．結果と考察

m-TPD 分散膜におけるホール移動度を確認するために、交流インピーダンス法によって膜のホール移動度を算出した。Fig. 2 に、交流インピーダンス測定により得た ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Al 素子におけるキャパシタンスの周波数特性を示す。直流電圧 20, 30, 40 V を印加した際にキャパシタンスの極小値がみられた。これは交流電圧の周波数低下に伴い、交流応答する注入キャリアが半周期の時間において、対向電極に到達できるようになったためと考えられる。このキャパシタンスの極小値から膜中のホール移動度を差分サセプタンス法で算出すると、直流電圧 20 V 印加時に 1.14×10^{-7} cm^2/Vs であり m-TPD 分散膜として妥当な値が得られた。また、極小値がみられた 20 V 以上の領域は、I-V 測定より空間電荷制限電流(SCLC)領域であることが分かった。

次に、p 型、n 型有機半導体界面における電荷挙動の解析を目指し、ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Alq_3/Al 素子に対して交流インピーダンス測定を行った。Fig. 3 に、ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Alq_3/Al 素子におけるインピーダンススペクトルを示す。直流電圧 5V から 10V にかけて大幅な抵抗値成分の減少がみられた。この結果は、ホール、エレクトロンの再結合に起因すると考えられ、I-V 特性における直流電圧 10V 以上の領域での大幅な電流値上昇およびその際のホール、エレクトロンの再結合に起因する発光からも支持されている。さらに、発光が確認された 30V 印加時におけるインピーダンススペクトルの高周波域においては R-C 並列回路に相当する半円のスペクトルがみられたが、低周波域においては第 4 象限に誘導性の成分が見られた(Fig. 3 inset)。これは、低周波域において位相が正方向にずれ、再結合電流がインダクタス成分としてスペクトルに反映されたためと考えられる。

そこで、発光が確認された直流電圧 10V および 30V 印加時の ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Alq_3/Al 素子におけるキャパシタンスの周波数特性を測定した(Fig. 4)。両電圧印加時、低周波域においてキャパシタンスが負の値を示した。負のキャパシタンスが、ホール移動度およびエレクトロン移動度から成る再結合定数を用いて算出可能であること [2]および 10V 印加時と比較し、30V 印加時において負のキャパシタンスを大きく生じたということから、印加電圧上昇によりホール、エレクトロンの移動度差が大きくなることが示唆された。

以上、交流インピーダンス法により、pn 接合型有機半導体積層膜の電荷輸送特性を評価可能であることが明らかとなった。

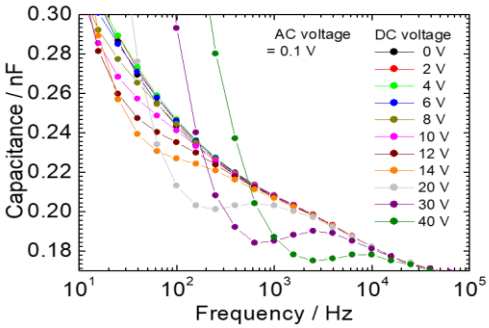


Fig. 2 Frequency dependence of the capacitance in the ITO/PEDOT:PSS/m-TPD/Al cell for various voltage.

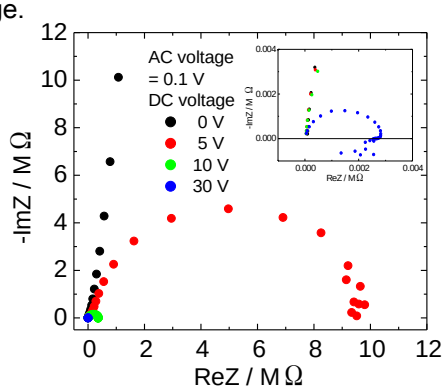


Fig. 3 Impedance spectra of the ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Alq_3/Al cell for DC voltage = 0 ~ 30 V.Inset: scale expansion.

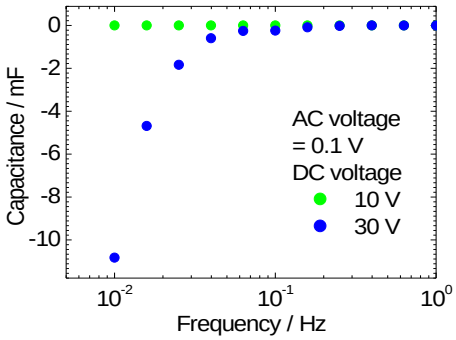


Fig. 4 Frequency dependence of the capacitance in the ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Alq_3/Al cell for DC voltage = 10 and 30 V.

参考文献

1) Masahiro Funahashi, “Measurement of Mobility in Liquid-Crystalline Systems Using Time-of-Flight Methods”, The Japanese Liquid Crystal Society, Vol.17, No.1, pp. 55-66 (2013) [in Japanese].

2) Masashi Takata, Kenichiro Takagi, Takashi Nagase, Takashi Kobayashi, and Hiroshi Naito, “Effects of Bimolecular Recombination on Impedance Spectra in Organic Semiconductors: Analytical Approach”, Journal of Nanoscience and Nanotechnology, Vol.16, pp. 3322-3326 (2016).

11:24 AM - 11:27 AM (Thu. Jun 21, 2018 10:00 AM - 11:36 AM Main Hall)

[INP-25f] An Information Embedding Scheme with Resilience against Clipping Attacks

*Saori MORINAGA[1], Shoko IMAIZUMI[1] (1. Chiba University)

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション

[INP] インタラクティブセッション ショートプレゼンテーション Interactive Session, Short Presentation

2018年6月21日(木) 10:00 〜 11:36 大ホール (けやき会館 一階)

[INP-26i] AccurioPress C6100シリーズにおける RU-518のデカーラ性能向上 The RU-518 New Relay Unit: Improvement on Decurling Ability and Adjustability.

*角田 旭[1] （1. コニカミノルタ株式会社）
*Akira Tsunoda[1] （1. KONICA MINOLTA,INC.）

コニカミノルタは，2017年度第3四半期に商業印刷市場にむけたデジタル印刷システムAccurioPress C6100/RU-518を発売開始した。印刷機であるAccurioPress C6100と多機能を有した中継搬送ユニットのRU-518で構成された本システムにより，メディア対応拡大，スキルレス化によるダウンタイム低減，成果物の品位向上を実現した。本発表では，RU-518に搭載したデカーラシステムにおいて、ダウンタイム低減と成果物の品位向上を実現する為に，カール矯正能力拡大，カール調整の操作性向上の搭載技術について紹介する。

AccurioPress C6100 シリーズにおける RU-518 のデカーラ性能向上

角田　旭

コニカミノルタ株式会社　情報機器開発本部　第 1 製品開発センター

The RU-518 New Relay Unit : Improvement on Decurling Ability and Adjustability.

Akira Tsunoda

Products Development Center 1, R&D Headquarters Business Technologies, KONICA MINOLTA, Inc.

Konica Minolta launched the digital printing system AccurioPress C6100 / RU-518 to the commercial printing market in the third quarter of 2017.

With AccurioPress C6100 and RU - 518 which is a multifunctional new relay unit, we accomplished media compatibility expansion, skill lessening, downtime reduction and improvement on the quality of printed products.

In order to reduce downtime and improve the quality of printed products with the RU - 518 decurler system, we will report about mounting technology for improving curl adjustment operability and curling correction ability.

１．はじめに

コニカミノルタは，2017 年度第 3 四半期に商業印刷市場にむけたデジタル印刷システム AccurioPress C6100/RU-518 を発売開始した．印刷機である AccurioPress C6100 と多機能を有した中継搬送ユニットの RU-518 で構成された本システムにより，メディア対応拡大，スキルレス化によるダウンタイム低減，成果物の品位向上を実現した．

本稿では，ダウンタイム低減と成果物の品位向上を実現する為に，RU-518 のデカーラシステムで搭載したカール矯正能力拡大，カール調整の操作性向上の技術について報告する．

Fig.1 Photograph of the AccurioPress 6100/RU518

＊〒192-8505 東京都八王子市石川町 2970
＊2970 Ishikawa-machi ,Hachioji-shi, Tokyo, 192-8505, Japan
e-mail:　akira.tsunoda@konicaminolta.com

２. RU-518 製品紹介

RU-518 は，AccurioPress C6100 を含むプロダクションプリントのカラー機・モノクロ機の全ての本体に装着される中継オプションユニットである．また省人化・スキルレス化，成果物の品位向上，メディア対応拡大の為に，カール矯正（デカーラ），用紙冷却，長尺紙・封筒・スクラッチ対応・パージ排紙対応などの多機能な性能向上を達成した魅力的な製品である．その中で，今回はカール矯正（デカーラ）に焦点を絞り報告する．

３．デカーラとは

本体定着部の熱により，用紙表裏の水分量の差が生じ，表裏どちらかに用紙が曲がることをカールという．デカーラとは，本体から排出されたカールした用紙を矯正する装置のことをいう．

Fig.2 Diagram of curl and decurler

カールは，様々な要因により，カール方向や高さなどの状態が異なってくる．その要因として，本体の定着部の温度条件，印字率・印字面など本体通紙条件，用紙の紙種・坪量・用紙目方向・用紙のロット差・用紙開封面の方向などの用紙条件がある．

カールによる不具合としては，カールが大きいとユーザーの用紙ハンドリング性が悪くなる．

また，排紙オプションで処理を行う際に，カール起因による整合不良などが発生し，最終的な成果物の品位に影響を与える可能性がある．

その為，様々な条件でも安定したカール矯正を行う事が必要不可欠である．

４．デカーラ搭載技術

４．１　リアルタイムデカーラ技術

従来のカール調整フローでは，Fig.3 のように，大量通紙中の用紙ロット差，用紙保管条件の差（用紙水分量の差），通紙経路切換による通紙中のカール変化が起きた際には，JOB を止めて再度カール調整を行う必要があり，再調整に約５分程度のダウンタイムがある．

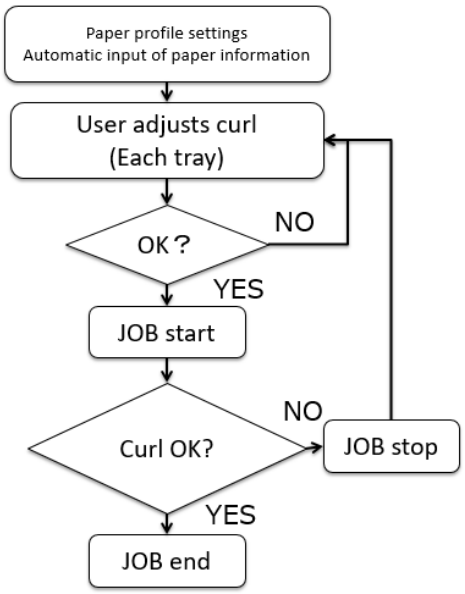
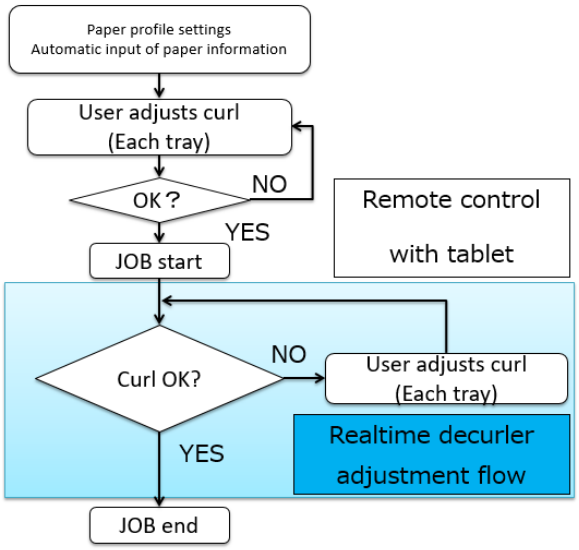


Fig.3 Curl adjustment flow

RU518 では，ユーザーのダウンタイム低減を達成する為に，Fig.4 のようなリアルタイムデカーラ技術を採用した．また，タブレットでの遠隔操作により，ユーザーが通紙中に，フィニッシャー排紙トレイで用紙カール量を確認しながら搬送用紙をリアルタイムに調整が可能とした．

前記カールの要因となる様々な条件に合わせて，ユーザーが経験則で決定していたカール調整値が，簡単に調整する事ができ，スキルレス化を実現し，リアルタイムデカーラ技術により，ダウンタイムゼロを達成した．

Fig.4 Realtime decurler adjustment flow



４．２　カール矯正能力の拡大

最終的な成果物の品位向上，ユーザーの操作性向上の為には，ユーザーの入力したカール調整値に対して，直感的に適正な調整値が決められるように，様々な通紙条件で同じカール調整量にする必要がある．その為には，現状２つの課題がある．

１．薄紙のカール矯正可能量が小さい．

２．厚紙での調整分解能が粗く，狙いのカール量に調整する事が難しい．

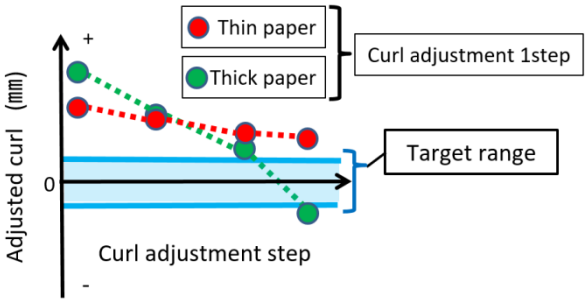


Fig.5 Current issues in curl adjustment

４．２．１　カール矯正能力目標

前述２つの課題に対して、次のように目標を設定する．

１．薄紙のカール調整可能量を 20mm 以上とする．

【カール調整可能量】＝【調整前カール量】－【調整後カール量】（Fig.6）

カール量は，測定したカール高さの四隅平均値とする．

２．厚紙・薄紙によらず，カール調整値 1STEP 毎のカール調整量を同じに設定し、厚紙～薄紙までのカールを調整可能とする．

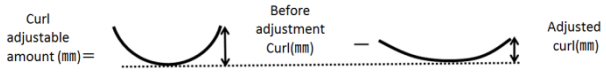


Fig.6　Explanation of curl adjustable amount

４．２．２　仮説と検証

曲げ応力を与える事で、用紙の変形量をコントロールする為に，Fig. 7 の様に【押込み軸】と【ベルト】の間に用紙を通す機構を選定した．

本機構では押込み軸の押込み量を変える事で，用紙に与える曲げ応力を可変にし、カール矯正を行う．

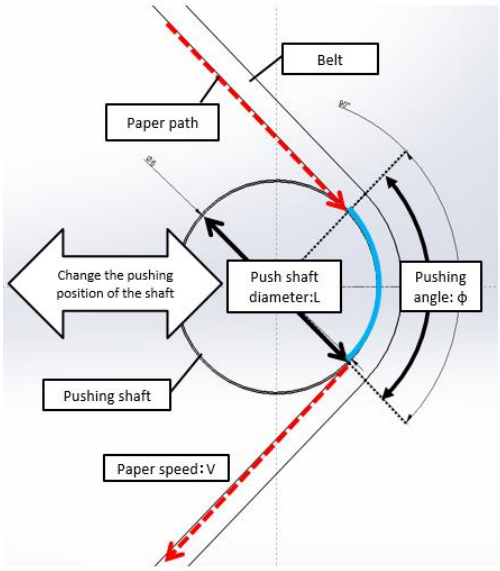


Fig.7 Decurler unit model

押込み軸径を小さくし，押込み角度を増やす事で，曲げ応力が増加し，カール調整可能量は Fig. 8 のように向上する事が確認できた．

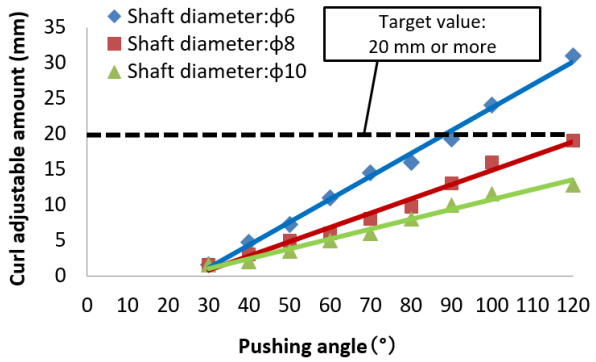


Fig.8 Experimental result of push-in shaft diameter small diameter and pushing angle

次に厚紙・薄紙によらず，設定したカール調整値で，一定のカール調整可能量とする為に，仮設を立てる．

Fig. 8 の比例関係より，
カール調整可能量 y は，定数a, bと押込み角度xの以下の式で表される．

$$y = ax + b \tag{1}$$

押込み角度xは，用紙に与える応力付与時間を可変にする事になる為，押込み軸径L，押込み角度φ，用紙搬送速度Vの以下の式で表される．

$$x = (L\pi \times \varphi/360)/V \tag{2}$$

押込み軸径Lと用紙搬送速度Vは，メカ構成制約と生産性確保の為，固定値となり，押込み角度φ可変により，応力付与時間xを決定する．

曲げ応力σの関係式より，曲げモーメントMと，断面係数Zは以下の式で表される．

$$\sigma = M/Z \tag{3}$$
$$Z = bh^2/6 \tag{4}$$

曲げモーメントMは，曲げ剛性（剛度）でヤング率E，断面二次モーメントI で以下の式で表される．

$$M = EI \tag{5}$$
$$I = b\,h^3/12 \tag{6}$$

式(3)～(6)より，

$$\sigma = EI/Z = Eh/2 \tag{7}$$

よって， 曲げ応力σは， E：ヤング率（縦弾性係数）h：紙厚の関係式で表される．

$$a = Eh \tag{8}$$

式(1) (2) (8)より，カール調整可能量 yは以下の式で表される．

$$y = Eh \times (L\pi \times \varphi/360)/V + b \tag{9}$$
$$y/Eh = (L\pi \times \varphi/360)/V + b \tag{10}$$

bは，RU518 搬送経路の曲率により決定される．

仮説の確認の為，様々な用紙でデータ取りを行ったところ，Fig. 9 のように用紙条件により，グラフの傾きが異なる事がわかった．

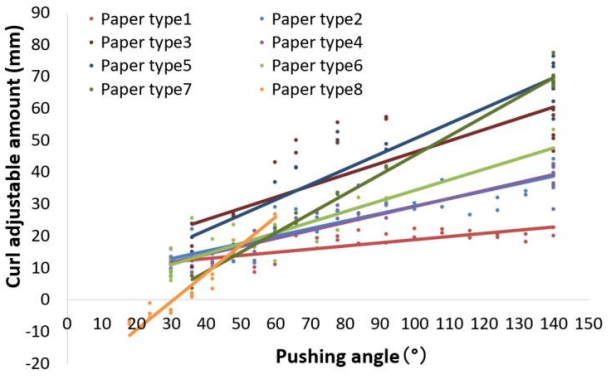


Fig.9 Paper type experiment data of pushing angle and curl adjustable amount

ここでFig.9の縦軸:カール調整可能量 を各用紙の E:ヤング率 と h:紙厚で割ると,用紙条件によらず,グラフの傾きが同じになる.

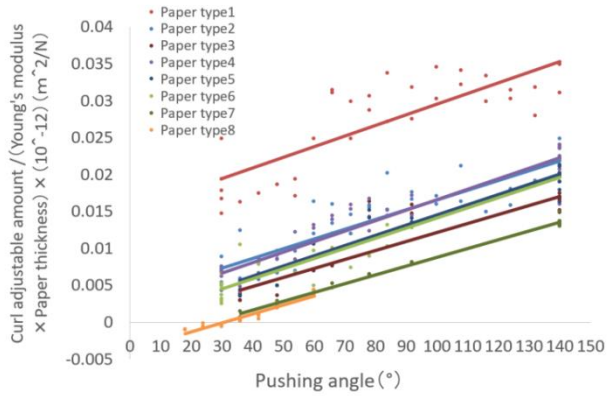


Fig.10 Analyze curl adjustable amount using Young's modulus and paper thickness of each paper type

上記,用紙物性値 E:ヤング率, h:紙厚の関係性を利用し,厚紙～薄紙の押込み角度を決定した.そして,カール調整値に反映した.

４．２．３ 効果確認

薄紙のカール調整可能量:20mm 以上を達成し,前任機より、格段に性能が向上し,カール矯正能力の拡大を達成した.(Fig.11)

各用紙物性値より,厚紙～薄紙の押込み角度を決定し,カール調整値の設定値に反映する事で厚紙・薄紙によらず,カール調整値 1STEP 毎のカール調整量を同じに設定でき,厚紙～薄紙までのカールを調整可能となった.(Fig.12)

ユーザーの入力したカール調整値に対して, 様々な用紙条件で同じカール調整量に調整可能となり,ユーザー操作性を向上できた.

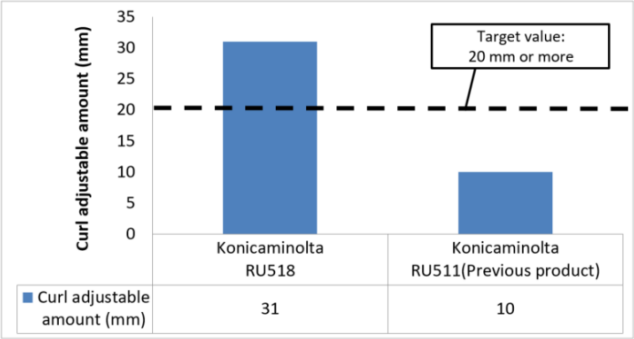


Fig.11 Compare curl adjustable amount of thin paper

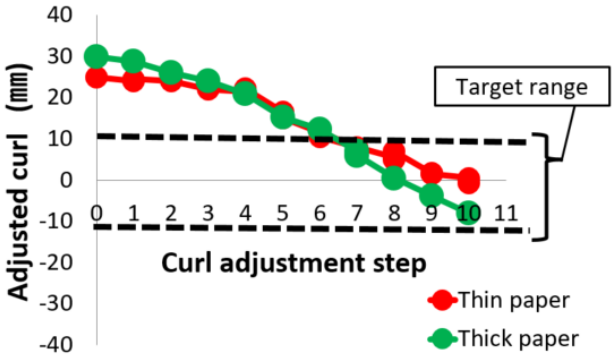


Fig.12 Curl adjustment result of thick paper and thin paper

５．まとめ

RU518デカーラシステムでは, JOB中にタブレットによる遠隔操作と,リアルタイムにカール調整を可能とすることでスキルレス化・ダウンタイムゼロを達成した.

また押込み軸の小径化・押込み角度を増やす事で薄紙でのカール矯正能力を格段に向上し,カール矯正能力を拡大した.

実験結果より導き出した仮説式により,用紙物性値の関係性を示し,その関係性をカール調整値に反映した.それらにより, 厚紙・薄紙によらず,カール調整値 1STEP 毎のカール調整量を同じに設定でき,ユーザー操作性を向上した.

よって,RU518デカーラは, ダウンタイム低減・成果物の品位向上の顧客価値を向上することができた.

11:30 AM - 11:33 AM (Thu. Jun 21, 2018 10:00 AM - 11:36 AM Main Hall)

[INP-27f] A Study on Calotype in the Dawn of Japanese Photography II - The Translated Book of Calotype Tecnique in Shimazu Historical Materials -

*Chihoko ANDO[1], Masashi IWASAKI[1] （1. Kyoto Institute of Technology）

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション

[INP] インタラクティブセッション ショートプレゼンテーション Interactive Session, Short Presentation

2018年6月21日(木) 10:00 〜 11:36 大ホール (けやき会館 一階)

[INP-28i] 微小液滴衝突形状解析による高時間分解動的界面張力測定 Measurement of Dynamic Interfacial Tension with High Time Resolution by Shape Analysis of Collided Microdroplets

*山岡 夏樹[1]、横田 涼輔[1]、平野 太一[1]、美谷 周二朗[1]、酒井　啓司[1] （1. 東京大学）
*Natsuki Yamaoka[1], Ryohsuke Yokota[1], Taichi Hirano[1], Shujiro Mitani[1], Keiji Sakai[1] （1. The University of Tokyo）

液体の動的界面張力を数 msより速い高速な時間領域で測定する手法の開発に成功した．溶け合わない2つの微小液滴が空中で衝突した後の平衡形状は，表面張力・界面張力比と各液体の体積によって決まり，不完全濡れの条件を満たす2液体ではダルマ型となる．このダルマ型液滴の形状をストロボ撮影法によって高時間分解能解析することで，界面活性剤吸着に伴って高速で変化する動的界面張力を測定することができる．本研究では，水または様々な濃度での界面活性剤(SDS，SDBS)水溶液とヘキサデカンの系において，動的界面張力を測定した．

微小液滴衝突形状解析による高時間分解動的界面張力測定

山岡　夏樹*，横田　涼輔*，平野　太一*，美谷　周二朗*，酒井　啓司*

*東京大学　生産技術研究所

Measurement of Dynamic Interfacial Tension with High Time Resolution by Shape Analysis of Collided Microdroplets

Natsuki Yamaoka*, Ryohsuke Yokota*, Taichi Hirano*, Shujiro Mitani*, and Keiji Sakai*

*Institute of Industrial Science, The University of Tokyo.

We developed a method for measurement of dynamic interfacial tension in the high-speed time range. When two immiscible microdroplets collide in midair, two droplets satisfying incomplete wetting condition will make a Daruma-shape. The shape is determined by only the ratio of surface and interfacial tension and the volume of each droplet before collision. We use a stroboscopic method for analyzing the Daruma-shape droplets with high time resolution so that the high-speed change of the interfacial tension by progress of surfactants adsorption can be observed. In this work, the measurement of dynamic interfacial tension of water or surfactant (SDS, SDBS) aqueous solutions with various concentration and hexadecane were successfully carried out.

１．前書き

インクジェットは，10 μm オーダーの微小液滴を高い再現性にて毎秒数万個もの大量生産を可能とする技術である．このインクジェット技術は既にプリンターに用いられているが，それ以外にも，複数の微小液滴を空中で衝突させることで同じサイズ・機能を持つ機能性微小液滴を大量に製造できるため，人工細胞や薬剤などの医療分野をはじめ様々な分野への応用が期待されている．

機能性微小液滴の製造を精密に制御するには，液体の物性パラメータの正確な値を知ることが必要である．スケールが非常に小さい場合には，物性パラメータの中でも特に表面張力・界面張力が支配的になる．さらに界面活性剤水溶液微小液滴の射出・衝突においては 1 ms 以下の時間領域で表面・界面の状態が変化するため，そのような非常に高速な時間領域における動的表面張力・界面張力を測定しなければならない．

高速な時間領域における動的表面張力に関しては，近年，石綿ら[1]や浅井ら[2]によってインクジェットを用いた飛翔液滴振動法(DOF 法)という測定法が開発され，測定が可能になった．一方，動的界面張力を測定する方法は現在ほとんど存在せず，測定されても 1 s より遅い時間領域を対象にしていることが多い[3,4]．そのため，1 ms より高速かつ様々な液体に適用することのできる新たな動的界面張力測定法を開発することが急務であった．

そこで本研究では，溶け合わず不完全濡れ条件を満たす 2 つのインクジェット液滴を空中で衝突させることでダルマ型の異方性液滴を作成し，その平衡形状の時間変化を観察するという手法により，数 100 μs ~ 数 ms 程度の時間領域における動的表面張力・界面張力の測定を可能にした．この測定法は，山田ら[5]が開発した静的表面張力・界面張力測定法を大きく改良したものである．

本論文では，この新たな測定法の測定原理と，実際にこの測定法を用いて水－ヘキサデカン系及び界面活性剤(SDS, SDBS)水溶液－ヘキサデカン系の動的表面張力・界面張力を測定した結果とその考察について述べる．

２．測定原理

微小液滴は，半径が 10 μm オーダーであれば重力の効果を無視できる．このため空中では，不完全濡れダルマ型液滴の平衡形状は 2 つの液体の表面張力・界面張力比と衝突前の各体積によって完全に記述できる．逆に，平衡表面形状の相似形と衝突前体積比がわかれば，2 つの液体の表面張力・界面張力比を算出することができる．以下に，その算出法を簡単に示す．

溶け合わない 2 つの液滴を水と油とすると，不完全濡れの条件下では，水・油・空気の三相界面において Neumann の三角形という表面張力・界面張力ベクトルの釣り合いの式(1)が成り立つ．

$$\boldsymbol{\sigma}_{\mathrm{w}} + \boldsymbol{\sigma}_{\mathrm{o}} + \boldsymbol{\sigma}_{\mathrm{i}} = 0 \qquad (1)$$

ここで，添え字の w, o, i はそれぞれ水(水溶液)，油，界面を表している．重力の無視と力の釣り合いを踏まえてダルマ型液滴の断面図を作図した例を Fig. 1 に示す．ただし，V は衝突前の各体積を表している．

＊〒153-8505 東京都目黒区駒場 4-6-1
＊4-6-1 Komaba, Meguro-ku, Tokyo, 153-8505, Japan
e-mail: yama6326@iis.u-tokyo.ac.jp

Fig. 1 の Neumann の三角形に正弦定理を用いると，次の式が得られ，表面張力・界面張力比を角度から求められるようになる．

$$\sigma_w : \sigma_o : \sigma_i = \sin(\alpha+\beta) : \sin\beta : \sin\alpha \quad (2)$$

測定では$R_w : R_o : L$及び$V_w : V_o$という 2 種類の比のみが得られるとして，α及びβを計算する．まず，Fig. 1 における△PO_wO_oに余弦定理を用いると，次の式(3)が得られ，αが導出される．

$$\cos\alpha = \frac{R_w^2 + R_o^2 - (L - R_w - R_o)^2}{2R_wR_o} \quad (3)$$

また，同様に△PO_wO_oから明らかに次の式(4)が成り立ち，δが得られる．

$$R_w \sin\delta = R_o \sin(\delta - \alpha) \quad (4)$$

Fig. 1 から各体積V_w，V_oを求めてその比を計算すると，次の式(5)が得られる．

$$\frac{V_o}{V_w} = \frac{f(\delta-\alpha) - f(\delta+\beta)}{f(\pi-\delta) + f(\delta+\beta)} \quad (5)$$

ただし，この式(5)において，

$$f(\theta) = \frac{2 + 3\cos\theta - \cos^3\theta}{\sin^3\theta} \quad (6)$$

である．式(5)は角度β以外の全てが判明しているので，この式からβを計算することができる．以上の計算からα及びβを導出し，式(2)から表面張力・界面張力比$\sigma_w : \sigma_o : \sigma_i$を求めることができる．

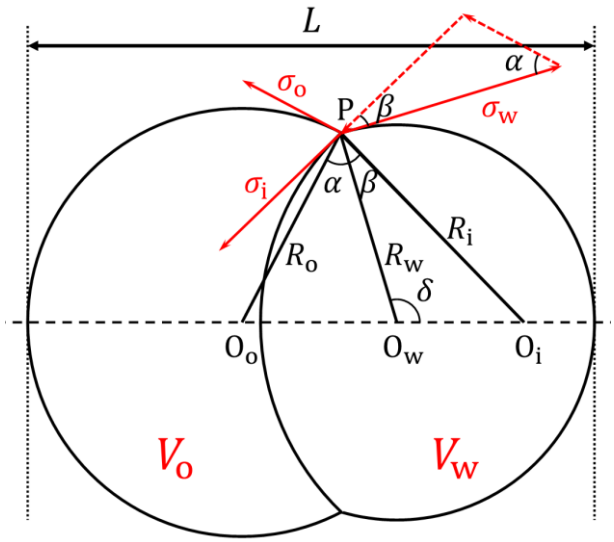


Fig.1 The equilibrium shape of a Daruma-shape droplet.

3．測定手法

2 つの連続型インクジェット[6]を用いて，それぞれ水と油の微小液滴を作成し，空中で衝突させ，その液滴形状を撮影した．

インクジェットノズルには先端内径 30 μm のガラス管を用い，飛翔速度が水液滴と油液滴で同程度になるように調整した圧力をかけることで液体を押し出し，ピエゾ素子によって 50 kHz 程度の圧力変調を加えることで液滴に分裂させる．ピエゾ素子の周波数は水と油で常に同じにしている．撮影の光源として用いるストロボの周波数は，時間分解能が 0.4 μs 程度になるように設定した．

測定に用いる試料として，水－ヘキサデカン系及び界面活性剤水溶液－ヘキサデカン系を採用した．実際に使用した界面活性剤水溶液は，SDS(ドデシル硫酸ナトリウム)aq(20 mM，100 mM)及び SDBS(ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム)aq(5 mM，10 mM，20 mM，50 mM)である．これら各試料の平衡表面張力を吊り板法(Wilhelmy method)で測定した結果と，界面活性剤水溶液の臨界ミセル濃度(CMC)の文献値，水－ヘキサデカン系の平衡界面張力の文献値及びリング法で測定した界面活性剤水溶液－ヘキサデカン系の平衡界面張力を Table 1 に示す．

吊り板法によって，界面活性剤水溶液表面とヘキサデカン表面が接触しても、ヘキサデカン表面張力は常に一定であることを確認した．そのため，本研究では解析で得られた表面張力・界面張力比に Table 1 に記載したヘキサデカン表面張力を乗算すると絶対値が得られる．

撮影した画像の一例として，Fig. 2 に水液滴とヘキサデカン液滴が衝突した瞬間の画像を示す．Fig. 2 のような衝突した直後の振動は衝突後 200 μs 程度で収まっていたので，その後の画像から解析を行った．なお，衝突前液滴の飛翔速度と液滴径はそれぞれ，8 m/s と 30 μm 程度であった．各実験でのこれらの値は早川ら[9]が開発した光散乱法を用いて測定した．この測定法の液滴径精度は 0.3%程度であり，かつ瞬時に測定できるため，各実験における液滴画像撮影の前後で液滴径解析を行い，液滴径が実験中一定であることを確認した．

Table 1 Surface tension of water, surfactant aqueous solutions and hexadecane (measured by Wilhelmy method), interfacial tension of water – hexadecane system (literature values) and surfactant aqueous solutions – hexadecane system (measured by ring method) and CMC of surfactant aqueous solutions (literature values) at 25 ˚C

sample	surface/interfacial tension [mN/m]	CMC [mM]
water	71.9	
SDSaq	35.7	8.16 [8]
SDBSaq	32.0	~ 1
hexadecane	27.6	
water – hexadecane	53.3 [7]	
SDSaq – hexadecane	6.94	
SDBSaq – hexadecane	6.16	

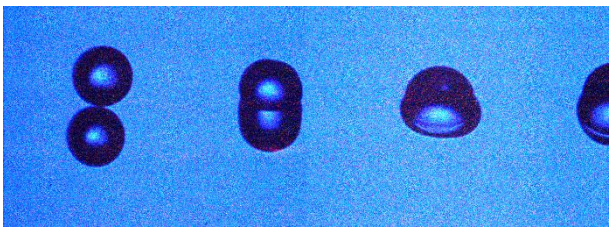


Fig.2 The image of collision of water and hexadecane droplets. The upper droplet is water and the lower is hexadecane.

４．測定結果

開発した測定法の精度を確認するため，水－ヘキサデカン系の測定を行った．衝突後の経過時間に対する表面張力・界面張力比の解析結果を Fig.3 に示す．図中の２本の横線は Table 1 の値を用いた平衡時の表面張力・界面張力比を表している．このグラフのみ，山田ら[5]との比較が容易になるよう水表面張力を分母としている．また，右側の軸は表面張力・界面張力比に吊り板法で測定した水表面張力値を乗算して絶対値化した値を表している．測定結果が平衡値と近く，かつ経時変化しないはずの表面張力・界面張力に対して実際に時間依存性が見られないことから，本研究で開発された測定法の精度が高いことが示された．

次に，動的表面張力・界面張力が変化する系の典型的な試料である，SDSaq(20 mM, 100 mM)－ヘキサデカン系の測定を行った．衝突後の経過時間に対する表面張力・界面張力比の解析結果を Fig.4, 5 に示す．絶対値を計算するためにヘキサデカン表面張力を分母にした以外は Fig.3 と同様の構成であるが，経時変化の詳細を見るために表面張力・界面張力でグラフを分けている．表面張力・界面張力ともに時間経過に伴い緩やかに減少しているので，本測定法で動的測定ができていることがわかる．

動的測定の精度を検証するため，浜口ら[10]の DOF 法の測定結果や浅井ら[11]のシミュレーション結果と本研究の測定結果を比較したグラフを Fig.6 に示す．横軸は射出後の経過時間であり，本実験では射出から衝突まで約 200 μs であったので，本測定結果に全て 200 μs を加算することで他と比較している．Fig.6 から，DOF 法の測定結果と滑らかにつながり，シミュレーション結果とも良く一致していることがわかる．よって，本測定法での動的表面張力測定の精度は非常に高いことがわかり，同じデータから計算される動的界面張力測定の精度も高いと予想される．

SDSaq の実験で濃度によって表面張力・界面張力の減少速度に差が見られたので，これが有意か否かを確認するため，SDSaq よりも表面張力減少が遅いことが知られている SDBSaq(5 mM, 10 mM, 20 mM, 50 mM)を用いた測定を行った．衝突後の経過時間に対する表面張力・界面張力比の解析結果を Fig.7, 8 に示す．グラフを見ると，高濃度になるほど表面張力・界面張力の減少が速くなっているが，20 mM と 50 mM では大きな差異は見られない．ただし，これら全ての濃度は CMC 以上であるから，平衡値は同一である．この傾向は，様々な濃度で SDSaq の動的表面張力測定を行った本田ら[12]の結果と一致している．また，表面張力よりも界面張力の方が同じ経過時間でも減少量が多い．

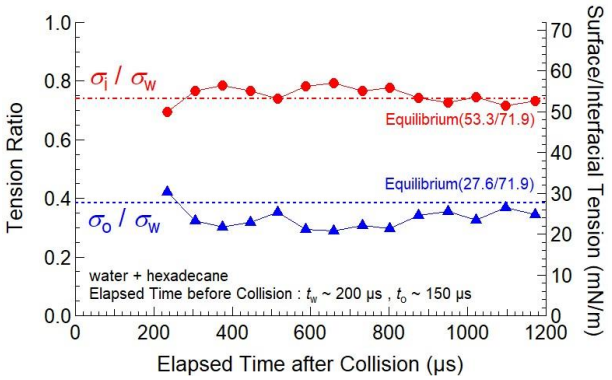


Fig.3 Dynamic surface and interfacial tension of water - hexadecane system.

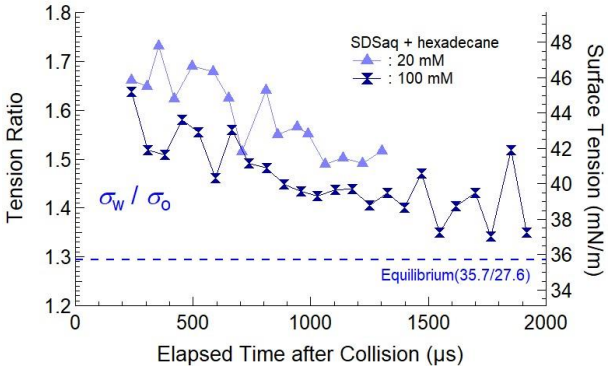


Fig.4 Dynamic surface tension of SDSaq (20 mM, 100 mM) - hexadecane system.

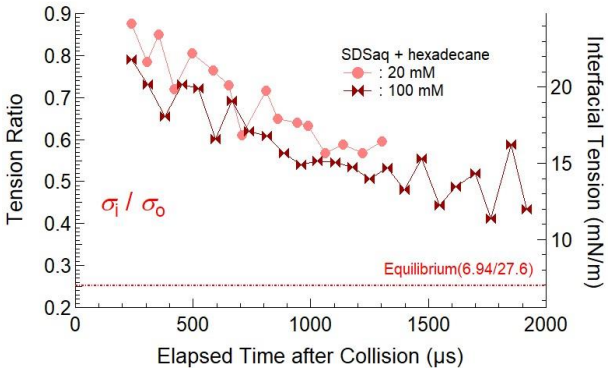


Fig.5 Dynamic interfacial tension of SDSaq (20 mM, 100 mM) - hexadecane system.

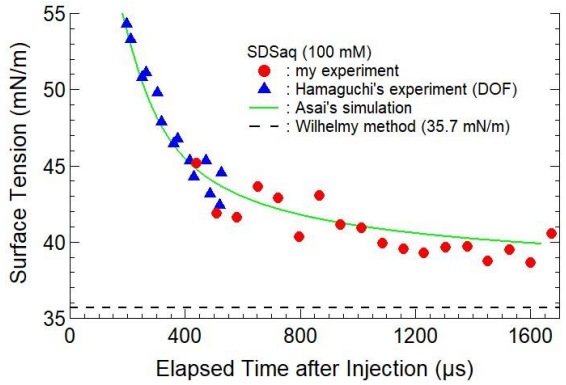


Fig.6 Dynamic surface tension of SDSaq (100 mM) measured by DOF method [10] and this method and simulated one [11].

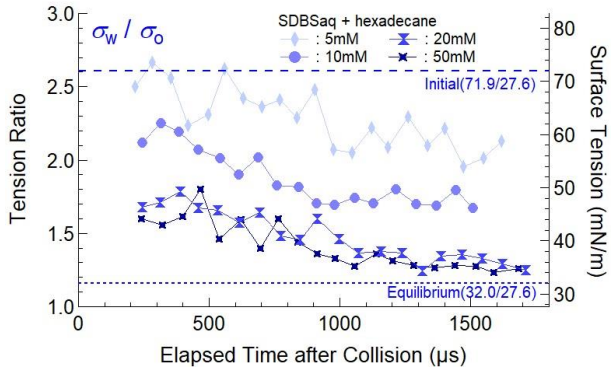


Fig.7 Dynamic surface tension of SDBSaq (5 mM, 10 mM, 20 mM, 50 mM) - hexadecane system.

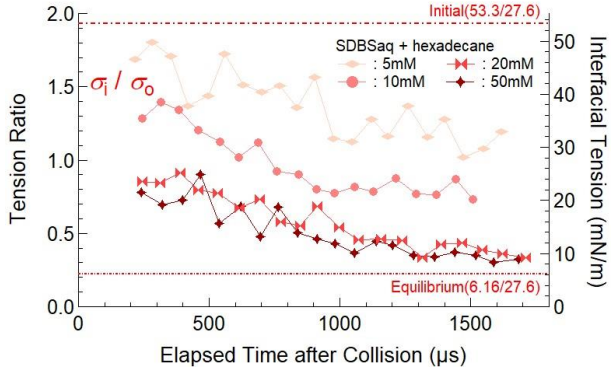


Fig.8 Dynamic interfacial tension of SDBSaq (5 mM, 10 mM, 20 mM, 50 mM) - hexadecane system.

５．結論

飛翔液滴形状解析という非常に高速な動的表面張力・界面張力測定法を開発し，水ーヘキサデカン系で精度や手法の妥当性を確認し， SDSaqーヘキサデカン系での動的表面張力が他の測定法やシミュレーションの結果と非常に良く一致することを確認した．さらに，様々な濃度での SDBSaqーヘキサデカン系の測定を行い，濃度による差を検証した．界面活性剤濃度による表面張力・界面張力減少速度の僅かな差異も明らかに検出できており，また，衝突後 200 μs 程度までは振動のため測定できないが，それ以降は射出後 2 ms 程度までであれば高精度で測定可能であり，界面活性剤吸着現象などへの本測定法の有用性が示された．

参考文献

1) Tomoki Ishiwata, and Keiji Sakai, “Dynamic surface tension measurement with temporal resolution on microsecond scale”, Applied Physics Express, vol.7, pp.077301 1-4 (2014).

2) Ryo Asai, Ryohsuke Yokota, Daichi Hayakawa, Shujiro Mitani, and Keiji Sakai, “Wide time range measurement of dynamic surface tension with inkjet system”, IEICE Technical Report, vol.116, no.419, pp.219-222 (2017) [in Japanese].

3) R. Nagarajan, and D. T. Wasan, “Measurement of Dynamic Interfacial Tension by an Expanding Drop Tensiometer”, Journal of Colloid and Interface Science, **159**, pp.164-173 (1993).

4) Libero Liggieri, Francesca Ravera, and Alberto Passerone, “Dynamic Interfacial Tension Measurements by a Capillary Pressure Method”, Journal of Colloid and Interface Science, **169**, pp.226-237 (1995).

5) Tatsuya Yamada, and Keiji Sakai, “Observation of ultra-fast wetting behavior of immiscible liquid droplets”, IEICE Technical Report, vol.111, no.158, pp.97-100 (2011) [in Japanese].

6) Atsushi Takeuchi, Tatsuya Yamada, and Keiji Sakai, “Liquid Jet Breakup by High-Frequency Pressure Modulation”, Japanese Journal of Applied Physics, vol.49, pp.07HB12 1-4 (2010).

7) R. Aveyard, and D. A. Haydon, “Thermodynamic Properties of Aliphatic Hydrocarbon/Water Interfaces”, Transactions of the Faraday Society, **61**, pp.2255-2261 (1965).

8) Yoshikiyo Moroi, Nagamune Nishikido, Hiromoto Uehara, and Ryohei Matsuura, “An interrelationship between heat of micelle formation and critical micelle concentration”, Journal of Colloid Interface Science, **50**, pp.254-264 (1975).

9) Daichi Hayakawa, Toko Hamaguchi, Yuji Shimokawa, Shujiro Mitani, and Keiji Sakai, “Observation of Light Scattering Pattern of Airborne Microdroplets”, IEICE Technical Report, vol.115, no.423, pp.7-11 (2016) [in Japanese].

10) Touko Hamaguchi, Yuji Shimokawa, Shujiro Mitani, and Keiji Sakai, “Measurement of Dynamic Surface Tension with Observation of Oscillation of Flying Micro-droplets”, IEICE Technical Report, vol.114, no.422, pp.5-8 (2015) [in Japanese].

11) Ryo Asai, Ryohsuke Yokota, Daichi Hayakawa, Shujiro Mitani, and Keiji Sakai, “Molecular adsorption process of surfactant aqueous solution”, IEICE Technical Report, vol.117, no.155, pp.11-15 (2017) [in Japanese].

12) Akihiro Honda, Tomoki Ishiwata, and Keiji Sakai, “Measurement of dynamic surface tension by microdroplet oscillation method”, Extended abstracts: The 61th JSAP Spring Meeting, The Japan Society of Applied Physics (2014), p.12-110.

Short oral presentaion | Interactive Session

[PS] Interactive Session. Poster Presentation

Joint Session of ISJ, SPIJ and JSPST

Thu. Jun 21, 2018 1:00 PM - 4:00 PM Reception Hall (3rd Floor, Keyaki Kaikan)

The tailing code means; i=ISJ, f=SPIJ, p=JSPST

[INP-01f] Formation Process of Gold-Silver Hollow Nanostructure Obtained by Silver Halide Photographic Methods

*Satoshi FURUYA[1], Fumiyuki SHIBA[1], Yusuke OKAWA[1] （1. Chiba University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-02i] Transparent Electrode of Gravure Offset Printed Fine Silver-Grid Lines Laminated with Conductive Polymer

*Natsuki hashimoto[1], Masato Ohsawa[1] （1. ULVAC,Inc.）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-03p] Gravure Ink for Flexible Food Packaging -The Market and Regulations-

*Hidemaro Uchida[1], Hiroaki Muratake[1] （1. DIC Corporation）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-04f] Direct Formation of One-dimensional Silver Nanostructure on an Electrode with Electrochemical Technique and Photographic Development (3)

*Takuma MIYASHITA[1], Shin SAITO[1], Fumiyuki SHIBA[1], Yusuke OKAWA[1] （1. Chiba University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-05i] Evaluation of the Friction Properties of Papers against Rubber Rollers - Influence of Paper Lint -

*Yohei Sato[1], Misaki Asada[1], Yosuke Tsukiyama[1], Isami Nitta[1] （1. Niigata University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-06p] Photo Amphoteric Compounds Generator of 2,4-diaminobenzenesulfonic Acid as Counter Anion

*Takuya Marushige[1], Shigeru Takahara[1] （1. Chiba University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-07f] Detection of Radiation Using Distribution of Latent Image Specs of Silver Halide Photographic Materials and Plasmon Resonance (3): Decrease of Background Light by the Improvement of Microscope System

*Ken'ichi KUGE[1], Takahiro ADACHI[1], Atsuhiro UMEMOTO[2], Tatsuhiro NAKA[2], Satoshi KODAIRA[3]

（1. Chiba University, 2. Nagoya University, 3. QST）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-08i] Evaluation of the Powder Adhesion Amounts by Laser Microscope with Wide Field of View
- Real Contact Areas of Rubber Rollers -

*Tetsuya Tsumori[1], Keisuke Kato[1], Yosuke Tsukiyama[1], Isami Nitta[1] （1. Niigata University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-09p] Development of Porous Metal Foil and Its Application

*Hirokazu Sawada[1], Jyunji Kawaguchi[1] （1. Fujifilm Corporation）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-10f] Development of Nuclear Emulsion with Silver-bromide Crystals Introduced Edge Dislocation

*Akira NISHIO[1], Kunihiro MORISHIMA[1], Mitsuaki KUNO[1], Yuta MANABE[1], Nobuko KITAGAWA[1], Ken-ichi KUWABARA[1], Tetsuo YOSHIDA[1] （1. Nagoya University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-11i] Color Mixture of Interference Color by Niobium Oxide Thin Film Using Photolithography.

*Yuta Abe[1], Isao Komatsu[1], Shuichi Maeda[1] （1. Tokai University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-12p] Drying and Curling of Thin Liquid Films with Photo-curing Reactions: a Confocal Raman Spectroscopy

*Hirokazu Yoshihara[1], Masato Yamamura[1] （1. Dai Nippon Printing Co., Ltd.）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-13f] Searching the Nuclear Emulsion’ s Supporting Base for Improvement of Detector Performance

*Yuta MANABE[1], Kunihiro MORISHIMA[1], Nobuko KITAGAWA[1], Akira NISHIO[1], Mitsuaki KUNO[1] （1. Nagoya University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-14i] Crystal Form Transitions Accompanied by Redox Reactions in Copper Phthalocyanine Films Prepared by the Micellar Disruption Method

*Yuta Kato[1], Yumi Miyara[1], Katsuyoshi Hoshino[1] （1. Chiba University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-15i] Jet Velocity Control Method Using PVA Gel for a New Ink-jet Generator

*Mao Maeshima[1], Hajime Onuki[1], Chihiro Kurihara[1], Akihito Kiyama[1], Yoshiyuki Tagawa[1] （1. Tokyo University of Agriculture and Technology）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-16i] Volumetric 3D Display System using Rotating Screen -Improvement of Visibility of 3D Image-

*Ken Muto[1], Makoto Omodani[1], Chiemi Fujikawa[1] （1. Tokai University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-17p] Loss of Folding Endurance of Book Paper by Aged Deterioration of Books and its Causes

*Yukiko Mochizuki[1], Toshiharu Enomae[1] （1. Tsukuba University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-18i] Evaluation of Electrical Circuit Structure of Powder Electroluminescent Device on Paper Substrate

*Naoki Takeda[1], Toshifumi Satoh[1] （1. Tokyo Polytechnic University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-19f] Inside Imaging of Kasuga Tumulus by Muon-radiography

*Katsumi ISHIGURO[1], Kiyohide SAITO[1], Masahiko HIRATA[2], Mitsuhiro NAKAMURA[3], Kunihiro MORISHIMA[3], Akira NISHIO[3] （1. Archaelogical institute of Kashihara, Nara prefecture, 2. Ikaruga-cho Board of Education, 3. Nagoya University）

1:00 PM - 4:00 PM

[INP-20p] Proposal of Integrated Analysis System for Retinal Fundus Images and Classification of Retinal Areas Using Spatial Frequency

*Toshio Modegi[1] （1. Dai Nippon Printing Co., Ltd.）
1:00 PM - 4:00 PM

[INP-21i] Enhanced Mobility in Solution-Processed Short-Channel Organic Transistors: Reduction of Contact Resistances using Spin-Coated MoO_3 Injection Layers

*Tomoya Aiba[1], Takashi Nagase[1,2], Takashi Kobayashi[1,2], Yuichi Sadamitsu[3], Hiroyoshi Naito[1,2]
（1. Osaka Pref. Univ. , 2. RIMED, 3. Nippon Kayaku Co., Ltd.）
1:00 PM - 4:00 PM

[INP-22f] Improvement of Brightness for Color Images Using Reversible Data Hiding

*Kotoko HIRAOKA[1], Shoko IMAIZUMI[1] （1. Chiba University）
1:00 PM - 4:00 PM

[INP-23p] A Simple Color-vision Test Pattern for Determining the Type and Degree of Color Deficiency

*Masaki Nose[1], Aya Oohira[2], Yoshihiko Azuma[3], Keiji Uchikawa[4] （1. Ricoh Company Ltd., 2. Otake Ganka, 3. Tokyo Polytechnic University, 4. Kanagawa Institute of Technology）
1:00 PM - 4:00 PM

[INP-24i] Charge Transport Properties of PN Junction Type Organic Semiconductor Film Analyzed by AC Impedance Spectroscopy

*Eisuke Minamida[1], Kazuki Nakamura[1], Norihisa Kobayashi[1] （1. Chiba University）
1:00 PM - 4:00 PM

[INP-25f] An Information Embedding Scheme with Resilience against Clipping Attacks

*Saori MORINAGA[1], Shoko IMAIZUMI[1] （1. Chiba University）
1:00 PM - 4:00 PM

[INP-26i] The RU-518 New Relay Unit: Improvement on Decurling Ability and Adjustability.

*Akira Tsunoda[1] （1. KONICA MINOLTA,INC.）
1:00 PM - 4:00 PM

[INP-27f] A Study on Calotype in the Dawn of Japanese Photography Ⅱ
- The Translated Book of Calotype Tecnique in Shimazu Historical Materials -

*Chihoko ANDO[1], Masashi IWASAKI[1] （1. Kyoto Institute of Technology）
1:00 PM - 4:00 PM

[INP-28i] Measurement of Dynamic Interfacial Tension with High Time Resolution by Shape Analysis of Collided Microdroplets

*Natsuki Yamaoka[1], Ryohsuke Yokota[1], Taichi Hirano[1], Shujiro Mitani[1], Keiji Sakai[1] （1. The University of Tokyo）
1:00 PM - 4:00 PM

1:00 PM - 4:00 PM (Thu. Jun 21, 2018 1:00 PM - 4:00 PM Reception Hall)

[INP-01f] Formation Process of Gold-Silver Hollow Nanostructure Obtained by Silver Halide Photographic Methods

*Satoshi FURUYA[1], Fumiyuki SHIBA[1], Yusuke OKAWA[1] （1. Chiba University）

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション
[PS] インタラクティブセッション ポスター発表
Interactive Session. Poster Presentation
2018年6月21日(木) 13:00 〜 16:00 レセプションホール (けやき会館 三階)

[INP-02i] グラビアオフセット印刷法により形成した微細銀グリッド配線に導電性ポリマーを積層した透明電極
Transparent Electrode of Gravure Offset Printed Fine Silver-Grid Lines Laminated with Conductive Polymer

*橋本 夏樹[1]、大沢 正人[1] （1. 株式会社アルバック）
*Natsuki hashimoto[1], Masato Ohsawa[1] （1. ULVAC,Inc.）

デバイスのフレキシブル化により透明電極にも柔軟性が要求されている。本発表では、フィルム基板上に、銀ナノ粒子インクを用いてグラビアオフセット印刷法により線幅5μmの微細グリッド配線を形成し、さらに、導電性ポリマーを積層した透明電極の特性について報告する。透明電極のシート抵抗および透過率は、配線の充填分画に依存する。配線の充填分画を変化させることにより、シート抵抗は4Ω/□まで低下させることが可能であり、透過率は96%まで上昇させることが可能である。この導電性と透過性は商用のITO透明電極よりも優れた特性であり、光電デバイスに用いるフレキシブルな透明電極として有用である。

We have developed the silver nanoparticle ink and printed invisible fine silver grid lines with 5 μm width on a film substrate by a gravure offset method. Then the grid lines are laminated with a conductive polymer. In optimizing the electrodes of the silver grid lines laminated with the conductive polymer, the transmittance is up to 96% in the visible light region and the sheet resistance is down to 4 Ω/sq. The sheet resistance and transmittance are possible to be tailored by adjusting filling fraction of the electrodes. The transparent electrodes of the silver grid lines laminated with the conductive polymer would have potential applications as a flexible and transparent conductive film in optoelectronic devices.

グラビアオフセット印刷法により形成した微細銀グリッド配線に導電性ポリマーを積層した透明電極

橋本　夏樹*，大沢　正人*

*株式会社アルバック　未来技術研究所

Transparent Electrode of Gravure Offset Printed Fine Silver-Grid Lines Laminated with Conductive Polymer

Natsuki Hashimoto*, and Masato Ohsawa*

*Future Research Laboratory, ULVAC, Inc.

Invisible Ag-grid transparent electrodes with a variety of spacing between the Ag-grid lines of 100, 150, 200, 300, 500 and 1000 μm at a constant line width of the Ag-grid of 5 μm and a constant thickness of the Ag-grid of 0.6 μm have been prepared by a conventional gravure offset printing using our newly developed Ag nanoparticle ink. Then the Ag-grid electrodes were laminated with a poly(3,4-ethylenedioxythiophene):poly(styrenesulfonate) (PEDOT:PSS) layer. In the Ag-grid laminated with PEDOT:PSS electrodes, the transmittance is up to 96% in the visible light region and the sheet resistance is down to 4 Ω/□. The Ag-grid over-coated with PEDOT:PSS electrodes would have potential applications as flexible and transparent conductive films in optoelectronics and photovoltaics.

１．はじめに

透明電極は，有機発光ダイオード(OLED)[1]，太陽電池[2]やディスプレィ[3]などの光電デバイスに欠かせない材料である．現在，最も汎用的に用いられる透明電極としては，インジウム-スズ酸化物(ITO)が挙げられる．しかしながら，ITO 透明電極は，希少元素であるインジウムを用いることや，本質的に脆いという課題がある．このため，将来のフレキシブルな光電デバイスへの適用は困難であると考えられる．

これらの課題を踏まえ，ITO の代替となる透明電極材料として，導電性高分子[4]，カーボンナノチューブ[5]，グラフェン[6]や金属グリッド[7]からなる電極が検討されている．これらの代替電極材料として，特に，金属グリッド配線からなる透明電極が有望視されている．この金属グリッド配線を，印刷法により形成することが可能となれば，製造プロセスがより簡略になり，また，材料の利用効率も高くすることができる．

本研究では，従来の汎用的なグラビアオフセット印刷法により，視認性の低い微細な金属グリッド配線の形成を検討する．これまでに，我々は Ag ナノ粒子インクを用いてグラビアオフセット印刷法により，線幅 5μm の微細な Ag グリッド配線からなる透明電極の形成に成功している[8]．一般に，線幅が 10μm 以下になると人間にとって視認性がなくなることが知られている[9]．

＊〒300-2635 茨城県つくば市東光台 5-9-6
＊5-9-6 Tohkohdai, Tsukuba, Ibaraki, 300-2635, Japan
e-mail:　natsuki_hashimoto@ulvac.com

本研究では，視認性の低い線幅 5μm の微細な Ag グリッド配線よりなる電極を形成し，グリッド配線の間隔を変化させた場合の導電性と光透過性を明らかにするとともに, Ag グリッド配線の配列パターンから算出される導電性と光透過性との比較も行う．

さらに，本研究では，形成した Ag グリッド配線パターン上の全面に，導電性高分子層を積層した．積層した導電性高分子は，ポリスチレンスルホン酸でドープされたポリ(3,4-エチレンジオキシチオフェン)(PEDOT:PSS)である. PEDOT:PSS は有機材料からなる透明電極として最も有望とみなされている[4,10,11]．金属グリッド配線よりなる透明電極では，グリッド配線の厚みに起因する段差の発生は不可避であるが，透明電極にこの段差が存在すると，その上に各種の有機デバイスを構成する有機薄膜層を成膜する際にショート等の欠陥を誘発してしまう．そこで，この段差を緩和するために，本研究では，Ag グリッド配線パターン上の全面に, PEDOT:PSS 層を積層した．

２．実験方法

新規に開発した Ag ナノ粒子インク((株)アルバック製 L-Ag ナノメタルインク)は, 平均粒子径が 10nm 以下の Ag ナノ粒子が低極性の有機溶媒に安定に分散したインクである．本研究では，この Ag ナノ粒子インクの溶媒としてドデシルベンゼンを用いた．この Ag ナノ粒子を 3 本ロールミルにより溶媒中に均一に分散させて Ag ナノ粒子インクを調製し，印刷に供した．調製した Ag ナノ粒子インクの粘度は 2800mPa･s であり, Ag ナノ粒子濃度は 70wt%である．

本研究では，上記の Ag ナノ粒子を用いて汎用的なグラビアオフセット印刷法により，Ag グリッド配線パターンを形成した．グラビアオフセット印刷プロセスの模式図を Fig.1 に示す．グラビアオフセット印刷では，まず，インクタンクから，凹版となるグラビアロールの凹部にインクが充填されるとともに，ブレードにより余分なインクが除去される．その後，グラビアロールの凹版から，シリコンゴム製のブランケットシリンダーにインクが転写される．最後に，ブランケットシリンダーから，インプレッションシリンダーに巻きつけられたフィルム基板にインクが転写される [12]．

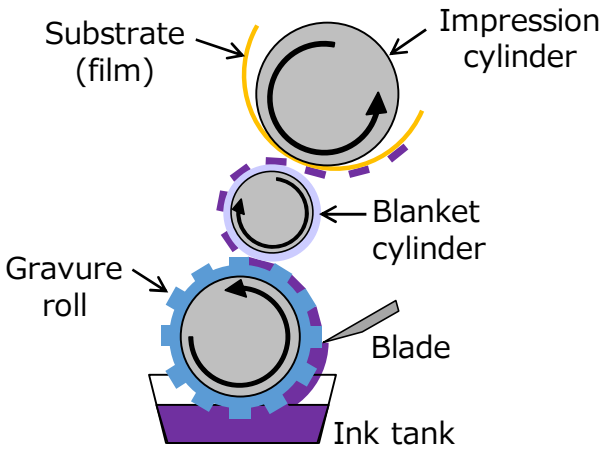


Fig.1 A schematic illustration of gravure offset printing process.

上記の Ag ナノ粒子インクを用いてグラビアオフセット印刷法により，ポリエチレンナフタレート(PEN)基板(厚み 50μm)上に，Ag グリッド配線パターンを印刷し，180℃で 60 分間の焼成を行った．作製した銀グリッド配線は，線幅 W を 5μm で一定とし，グリッド配線間のスペース G を 100, 150, 200, 300, 500 および 1000μm となる正方形の格子状のパターンとした．グリッド配線の厚み d は 0.6μm で一定とした．

その後，形成した Ag グリッド配線パターン上の全面に導電性高分子である PEDOT:PSS の分散液(荒川化学工業製・アラコート AS601D)をアプリケーターにより塗工し，100℃で 1 分間の硬化を行った．

3．結果および考察

3．1　Ag グリッド配線のみからなる透明電極

形成した Ag グリッド配線パターンのグリッドパラメータを Fig.2(a)に示す．グリッドパラメータであるグリッド配線の線幅 W およびグリッド配線間のスペース G は，グリッド配線の厚み d とあわせて，Ag グリッド電極の透過率 T およびシート抵抗 R_g を決めるための重要なパラメータとなる．W，G および d を調整することにより，T および R_g を正確に制御することが可能であり，目的に応じて，透明電極としての最適な性能を設計することができる．一例として，W を 5μm，G を 300μm，d を 0.6μm とした Ag グリッド配線パターンの光学顕微鏡写真を Fig.2(b)に示す．

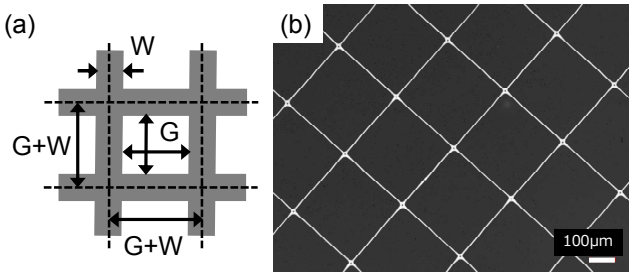


Fig.2 (a) Geometry of the Ag-grid electrode pattern with the Ag-grid parameter leading to the definition of filling fraction, *f*. (b) An optical microscopic image of the Ag-grid electrode with *W* of 5μm and *G* of 300μm.

Ag グリッド配線よりなる透明電極の導電性と光透過性は，基板の表面上での銀配線の充填量に依存する．そこで，配線の充填分画 f を以下の式で定義する．

$$f = W/(G+W) \tag{1}$$

ここで，Fig.2(a)に示すように，W は Ag グリッド配線の線幅であり，G はグリッド配線間のスペースである．

Ag グリッド配線よりなる透明電極の透過率は，幾何光学的な考え方により算出することが可能である [13,14]．透過率は，基板の面積に対して Ag グリッド配線間のスペースの面積がどれだけあるか，すなわち，Ag グリッド配線パターンの開口部の面積率に実質的に等しくなるはずである．基板を含めた Ag グリッド配線よりなる透明電極の透過率を T_{tot} とし，基板のみの透過率を T_{sub} とすると，T_{tot} は以下の式で表される．

$$T_{tot} = T_{sub} \times G^2/(G+W)^2 = T_{sub} \times (1-f)^2 \tag{2}$$

式(2)は，透過率が配線の充填分画 f のみに依存し，グリッド配線の厚み d には依存しないことを示している．本研究では，f が 1 よりも非常に小さい値となるので，式(2)は，以下の式で近似される．

$$T_{tot} / T_{sub} \approx 1-2f \tag{3}$$

本研究では，配線幅 W を 5μm で一定とし，配線間のスペース G を 100，150，200，300，500 および 1000μm の 6 種類のグリッド配線パターンとした．

このときの配線の充填分面 f は，それぞれ，0.048，0.032，0.024，0.016，0.010 および 0.005 となる．

作製した Ag グリッド配線よりなる透明電極の透過率 $T(=T_{tot}/T_{sub})$の実測値と配線の充填分面fとの関係を Fig.3 に示す．

T の値は波長 400～800nm の透過率の平均値とした．本研究で作製した Ag グリッド配線よりなる透明電極の透過率 T は 91～98%の範囲であり，配線の充填分面 f の増大にともない，T が直線的に減少していることがわかる．そこで，T の実測値と f との関係を示す 1 次の回帰直線を算出した．その式を Fig.2 のグラフ中に示す．得られた回帰直線の式は，式(3)に近い値の式となっている．回帰直線の式と式(3)の傾きなどのわずかな違いは，Ag グリッド配線によって引き起こされる光線の散乱に起因する拡散透過によるものと考えられる [15]．

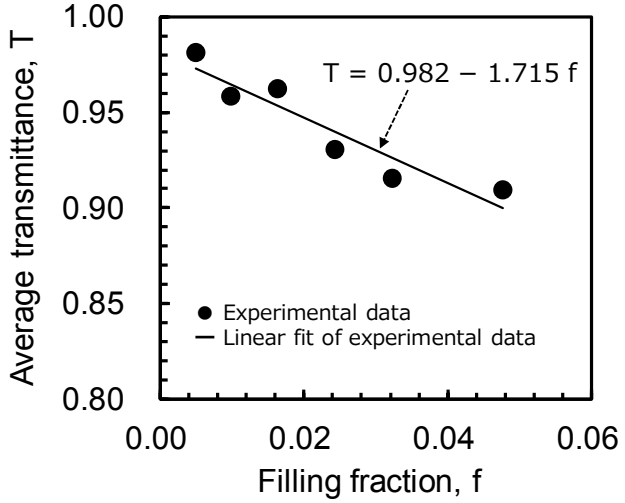


Fig.3 Measured and calculated transmittance of the Ag-grid electrodes as a function of filling fraction.

Ag グリッド配線よりなる透明電極のシート抵抗 R_g は，オームの法則により以下の式で表される [14]．

$$R_g = (\eta\rho/d)\cdot\{(G+W)/W\} = (\eta\rho/d)\cdot(1/f) \qquad (4)$$

ここで，ρ は Ag バルクの比抵抗($1.6\times10^{-6}\Omega\cdot$cm)，$\eta$ は Ag インクの焼成温度や組成に依存する補正係数とする．

本研究で作製した Ag グリッド配線よりなる透明電極のシート抵抗 R_g と配線の充填分面fとの関係を Fig.4 に示す．R_g は 3～27Ω/□の範囲であり，f が増大するにつれて R_g が低くなることがわかる．

本研究で用いた Ag ナノ粒子インクのベタ膜のシート抵抗，すなわち，f が 1 となるときのシート抵抗を R_f とすると，R_f は式(4)により，以下の式で表される．

$$R_f = \eta\rho/d = R_g\cdot f \qquad (5)$$

それぞれの配線の充填分面fのときの R_g の測定結果から，式(5)により R_f を算出した結果，R_f の値は 0.14±0.01Ω/□であった．したがって，式(5)より，R_g と f との関係は以下の式で表される(Fig.2)．

$$R_g = 0.14/f \qquad (6)$$

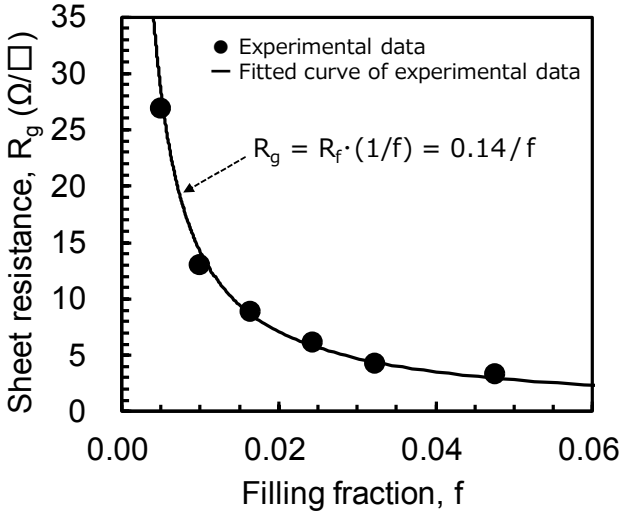


Fig.4 Measured and calculated sheet resistance of the Ag-grid electrodes as a function of the filling fraction.

本研究で作製した Ag グリッド配線の厚み d は 0.6μm で一定とした．本研究で作製した Ag グリッド配線の比抵抗(本研究で用いた Ag ナノ粒子インク膜の焼成後の比抵抗)$\eta\rho$ は，式(5)および式(6)より，$8.5\times10^{-6}\Omega\cdot$cm と算出される．この比抵抗の値はバルク Ag の比抵抗と同じオーダーであり，本研究で用いた Ag ナノ粒子インク膜は優れた導電性を発現していることがわかる．

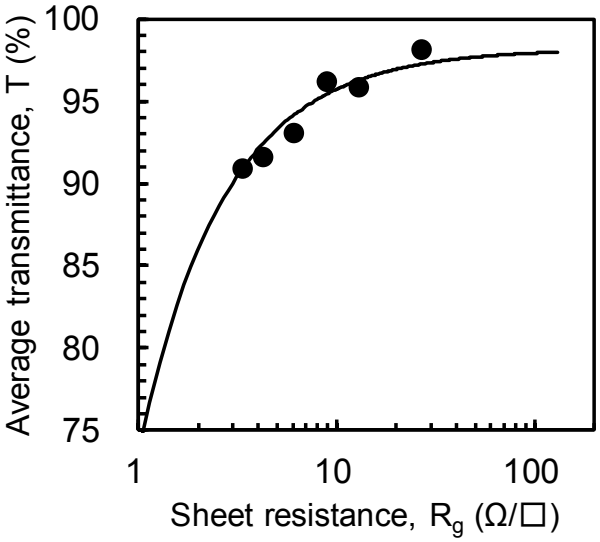


Fig.5 Transmittance versus sheet resistance of the fabricated Ag-grid electrodes.

Ag グリッド配線よりなる透明電極のシート抵抗 R_g と透過率 T との関係を Fig.5 に示す．R_g と T はトレードオフの関係にあり，f が小さくなると T は高い値を示すが，導電性は低下し R_g が増大する．Fig.3 および Fig.4 に示される f と T および f と R_g の関係式から，T と R_g のトレードオフの関係は Fig.5 に示される曲線で表すことができる．

３．２　Ag グリッド配線上の全面に導電性ポリマーを積層した透明電極

さらに本研究では，作製した Ag グリッド配線パターン上の全面に，導電性高分子である PEDOT:PSS 層を積層させた．PEDOT:PSS 層の厚みは 0.3~0.4μm である．PEDOT:PSS 層を積層した Ag グリッド透明電極のシート抵抗 R_g と透過率 T の関係を Fig.6 に示す．この場合，T は 86～96%の範囲となり，また，R_g は 4～22Ω/□の範囲となる．Fig.5 および Fig.6 を比較すると，PEDOT:PSS の積層による R_g の変化はほとんど認められず，また，T の低下は数%にすぎないことがわかる．

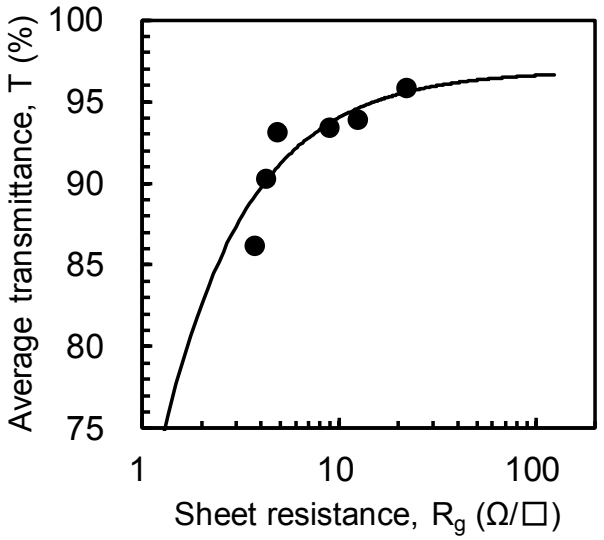


Fig.6 Transmittance versus sheet resistance of the fabricated Ag-grid over-coated with PEDOT:PSS electrodes.

４．結論

新規に開発した Ag ナノ粒子インクを用いて，汎用的なグラビアオフセット印刷法により，線幅 5μm，配線厚さ 0.6μm で一定とし，配線間のスペースを 100～1000μm の範囲で変化させた Ag グリッド配線パターンを形成した．さらに， Ag グリッド配線パターン上の全面に導電性高分子である PEDOT:PSS 層を積層して透明電極を得た．得られる透明電極のシート抵抗は 4Ω/□まで低下させることが可能であり，透過率は 96%まで上昇させることが可能である．なお，シート抵抗と透過率はトレードオフの関係にある．PEDOT:PSS 層の積層によりグリッド配線の段差が抑制されるため，その上に有機薄膜層などを均一に成膜することが可能であろう．

参考文献

1) C. W. Joo, J. Lee, W. J. Sung, J. Moon, N. S. Cho, et al., “ITO/metal/ITO anode for efficient transparent white organic light-emitting diodes”, Jpn. J. Appl. Phys., vol. **54**, pp. 02BC04-1-4 (2015).
2) J. Wu, H. A. Becerril, Z. Bao, Z. Liu, Y. Chen, et al., “Organic solar cells with solution-processed graphene transparent electrodes”, Appl. Phys. Lett., **92**, pp. 263302-1-3 (2008).
3) S. K. Park, J. I. Han, W. K. Kim, and M. G. Kwak, “Deposition of indium–tin-oxide films on polymer substrates for application in plastic-based flat panel displays”, Thin Solid Films, **397**, pp. 49-55 (2001).
4) S. I. Na, S. S. Kim, J. Jo, and D. Y. Kim, “Efficient and flexible ITO-free organic solar cells using high conductive polymer anodes”, Adv. Mater., **20**, pp. 4061-4067 (2008).
5) Z. Wu, X. Chen, X. Du, J. M. Logan, J. Sippel, et al., “Transparent, conductive carbon nanotube films”, Science, **305**, pp. 1273-1276 (2004).
6) X. Wang, L. Zhi, and K. Mullen, “Transparent conductive graphene electrodes for dye-sensitized solar cells”, Nano Lett., **8**, pp. 323-327 (2008).
7) M. G. Kang, M. S. Kim, J. Kim, and L. J. Guo, “Organic solar cells using nanoimprinted transparent metal electrodes”, Adv. Mater., **20**, pp. 4408-4413 (2008).
8) N. Hashimoto, S. Hayashi, and M. Ohsawa, “Invisible silver grid transparent electrodes prepared by gravure offset printing”, The 98th Annual Meeting of The Chemical Society of Japan (2018), 1PC-109.
9) Y. Jang, J. Kim, and D. Byun, “Invisible metal-grid transparent electrode prepared by electrohydrodynamic (EHD) jet printing”, J. Phys. D: Appl. Phys., **46**, pp. 155103-1-5 (2013).
10) M. Glatthaar, M. Niggemann, B. Zimmermann, P. Lewer, M. Riede, et al., “Organic solar cells using inverted layer sequence”, Thin Solid Films, **491**, pp. 298-300 (2005).
11) T. Aernouts, P. Vanlaeke, W. Geens, J. Poortmans, P. Heremans, et al, “Printable anodes for flexible organic solar cell modules”, Thin solid films, **451**, pp. 22-25, (2004).
12) W. X. Huang, S.H. Lee, H. J. Sung, T.M. Lee, and D. S. Kim, “Simulation of liquid transfer between separating walls for modeling micro-gravure-offset printing”, International Journal oh Heat and Fluid Flow, **29**, pp. 1436-1446 (2008).
13) Y. Y. Zhao, M. L. Zheng, X. G. Dong, F. Jin, J. Liu, et al., “Tailored silver grid as transparent electrodes directly wrriten by femtosecond laser”, Appl. Phys. Lett., vol. **108**, pp. 22104-1-5 (2016).
14) D.S. Ghosh, T.L. Chen, and V. Pruneri, “High figure-of merit ultrathin metal transparent electrodes incorporationg a conductive grid”, Appl. Phys. Lett., **96**, pp. 041109-1-3 (2010).
15) H. Wu, L. Hu, M. W. Rowell, D. Kong, J. J. Cha, et al., “Electrospun metal nanofiber webs as high- performance transparent electrode”, Nano Lett., **10**, pp.4242-4248 (2010).

1:00 PM - 4:00 PM (Thu. Jun 21, 2018 1:00 PM - 4:00 PM Reception Hall)

[INP-03p] Gravure Ink for Flexible Food Packaging -The Market and Regulations-

*Hidemaro Uchida[1], Hiroaki Muratake[1] （1. DIC Corporation）

1:00 PM - 4:00 PM (Thu. Jun 21, 2018 1:00 PM - 4:00 PM Reception Hall)

[INP-04f] Direct Formation of One-dimensional Silver Nanostructure on an Electrode with Electrochemical Technique and Photographic Development (3)

*Takuma MIYASHITA[1], Shin SAITO[1], Fumiyuki SHIBA[1], Yusuke OKAWA[1] （1. Chiba University）

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション
[PS] インタラクティブセッション ポスター発表
Interactive Session. Poster Presentation
2018年6月21日(木) 13:00 〜 16:00 レセプションホール (けやき会館 三階)

[INP-05i] ゴムローラに対する紙の摩擦特性 〜 紙粉の影響 〜
Evaluation of the Friction Properties of Papers against Rubber Rollers - Influence of Paper Lint -

*佐藤 陽平[1]、淺田 岬[1]、月山 陽介[1]、新田 勇[1] （1. 新潟大学）
*Yohei Sato[1], Misaki Asada[1], Yosuke Tsukiyama[1], Isami Nitta[1] （1. Niigata University）

紙表面上の紙粉がローラに付着し，紙とゴムローラの摩擦力が低下することによって，紙搬送性能に影響を及ぼしている．印刷用途により様々な紙が存在するため，紙とゴムローラの摩擦特性による紙粉発生の良し悪しを判断する簡便な紙評価手法の開発が重要である．そこで，すべり摩擦試験による紙評価手法の検討を行った．具体的には，給紙性能の判明している4紙を用いて実験を行い，摩擦係数と給紙性能の関係を明らかにした．また，ゴム表面の紙粉付着量の増加に伴って摩擦係数が減少することを実験的に明らかにすることで本手法の妥当性を確認した．本手法を用いて，海外市場における29銘柄を試験した結果も併せて報告する．

Paper lint has an influence on paper feed performance. Paper lint that adhered onto rubber surfaces reduces frictional force between papers and rubber rollers. Development of a simple and easy method evaluating the influence of paper lint on paper feed property is important. We propose a new evaluation method using sliding friction tests between papers and rubber rollers. We experimented the paper whose paper feed performance were already known and clarified the relationships between the frictional properties and paper feed performance. We confirmed that the coefficient of friction decreased with increase in quantity of paper lint adhesion onto rubber surfaces.

ゴムローラに対する紙の摩擦特性 ～ 紙粉の影響 ～

佐藤　陽平*，淺田　岬*，月山　陽介*，**，新田　勇*，**

*新潟大学大学院 自然科学研究科 材料生産システム専攻
**新潟大学 自然科学系（工学部）

Evaluation of the Friction Properties of Papers against Rubber Rollers - Influence of Paper Lint -

Yohei SATO*, Misaki ASADA*, Yosuke TSUKIYAMA*,**, and Isami NITTA*,**
*Advanced Materials Science and Technology, Graduate School of Science and Technology, Niigata University
** Institute of Science and Technology (Engineering), Niigata University

Paper lint has an influence on paper feed performance. Paper lint that adhered onto rubber surfaces reduces frictional force between papers and rubber rollers. Development of a simple and easy method evaluating the influence of paper lint on paper feed property is important. We propose a new evaluation method using sliding friction tests between papers and rubber rollers. We experimented the paper whose paper feed performance were already known and clarified the relationships between the frictional properties and paper feed performance. We confirmed that the coefficient of friction decreased with increase in quantity of paper lint adhesion onto rubber surfaces.

１．はじめに

複合機(MFP)の給紙では高信頼性が求められている．給紙装置においては紙を１枚ずつ取り出すためにゴムローラを使った摩擦分離方式が用いられており，ローラと紙間の摩擦力によって給紙される．複合機における問題の一つとして，給紙不良の問題が挙げられる．給紙不良の発生要因の一つにゴムローラの摩擦係数低下があり，その原因として紙粉（填料などの粉末）の付着が考えられているが，その詳細なメカニズムは明らかになっていない．

また,印刷用途により様々な種類の紙が存在する．この紙種の違いにより給紙不良に及ぼす影響が異なることが経験的に知られている．本研究室における給紙試験では，ゴムと紙の摩擦について，ゴムと紙間の真実接触面に紙粉が介在すると摩擦係数が低下し，紙の代わりにガラスを用いた実験ではゴムへの紙粉付着による真実接触面積減少率と摩擦力減少率は比例関係にあるという報告[1]がある．紙粉が給紙に及ぼす影響については，低コストで簡便な評価装置が求められている．

本研究では，紙粉付着による摩擦係数の低下を指標とした評価方法としてすべり摩擦試験を提案する．給紙性能が判明している４紙を本手法で評価し，紙粉付着量と摩擦特性の関係について明らかにした．また，ゴム表面の紙粉付着量の増加に伴って摩擦係数が減少することを実験的に明らかにすることで本手法の妥当性を確認した．加えて，海外市場における 29 紙を評価した結果も報告する．

＊〒950-2181 新潟県新潟市西区五十嵐２の町 8050 番地
＊8050, Ikarashi 2-nocho, Nishi-ku, Niigata, Niigata, 950-2181, Japan
e-mail: tsukiyama@eng.niigata-u.ac.jp, nitta@eng.niigata-u.ac.jp

２．実験概要

２．１　実験方法

本手法では，回転を抑制したゴムローラを紙に対して 100mm しゅう動させる．評価装置には摩擦試験装置（新東科学株式会社製トライボギア TYPE:14DR）を用いた．概略図を Fig.1 に示す．しゅう動速度は 0.5mm/sec，垂直荷重は 2N で実施した．測定治具の自重はアームの反対側に載せたキャンセル荷重で相殺され，分銅皿に載せた荷重分銅分の垂直荷重のみが試料の接触部にかかる構造になっている．アーム機構の末端には荷重変換器が接続され，移動テーブルが移動を始めるとアームが振れて荷重変換器の先端を引っ張り，摩擦力を伝達し，摩擦係数を算出する．

得られた実験データから摩擦係数変化率Δμ/μを取得した．具体的には，0-20mm の区間の最大摩擦係数をμ，100mm すべらせた時点のμからの変化量をΔμとし，Δμ/μとして算出した．また，一般に紙粉は脱離したセルロース繊維，添加剤，填料などを指すが，本稿では填料として使用される炭酸カルシウム粉に絞った．

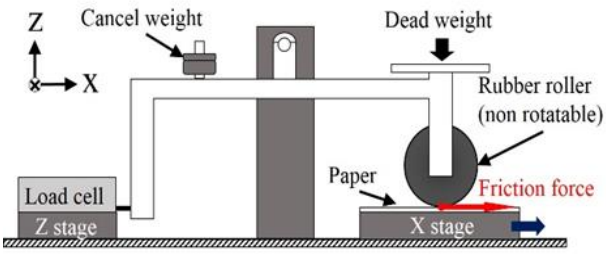


Fig.1 Schematic of friction test apparatus

２．２　試験片

評価に用いるゴムローラの材質はウレタン(U),エチレン-プロピレン(EPDM)(E),シリコーン(S)の３種類のゴムと,それぞれのゴム種で２つのゴム硬度(軟質(s)および硬質(h))を準備した.ゴム表面仕上げは,波上の模様が軸方向にのびる中粗研磨加工，および細かい突起が形成されているシボ加工(ウレタンのみ，e)を用いた．以下，８種類のゴムローラは Table 1 に示した記号で呼ぶこととする．

評価対象となる紙には，α紙，β紙，γ紙，δ紙の順で給紙不良が発生しやすいことが判明している 4 紙を用いた．また，本手法を用いて，海外市場における販売実績をもとに抽出した海外製の用紙 29 銘柄を評価した．

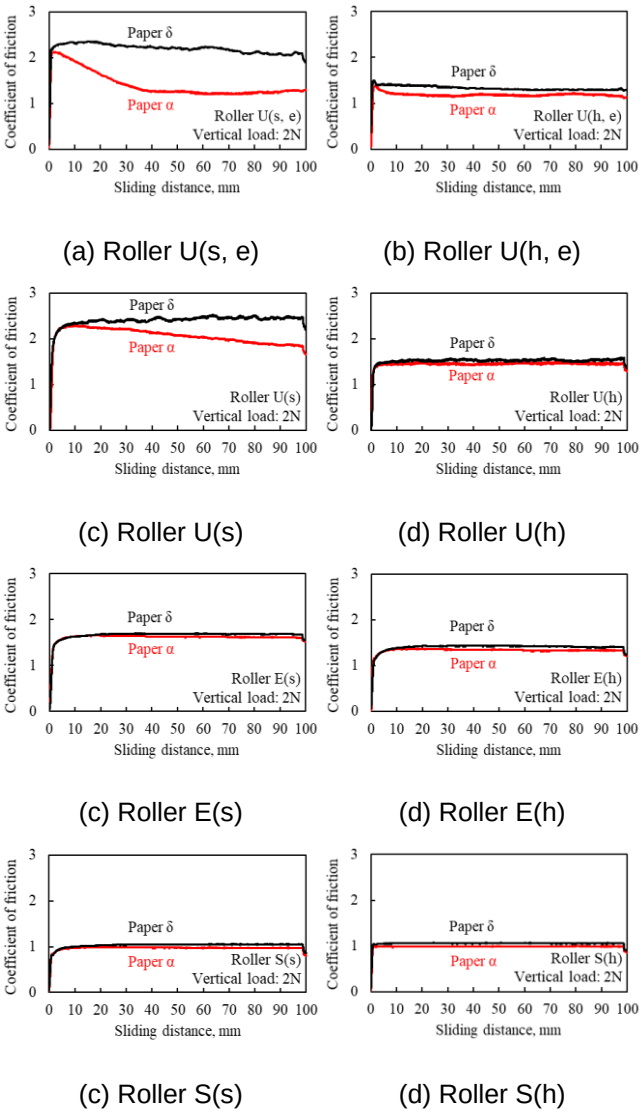
３．実験結果および考察

まず，給紙後のゴムローラ表面に付着している炭酸カルシウムの量を比較するため，ゴムの主成分である炭素に対するカルシウムの割合を SEM/EDX による元素分析を実施した.結果を Fig.3 に示す．α紙，β紙，γ紙，δ紙の順に給紙による紙粉付着が多いことがわかった．

この結果から最も差が生じると予想されるα紙とδ紙の２紙に対して，ローラ８種を用いて実施したすべり摩擦試験結果の例を Fig.3 に示す．すべり距離に伴って摩擦が減少し，且つ２紙の差を最も示したのはローラ U(s, e)，すなわちウレタン軟質シボ形状のゴムであった．また，摩擦係数変化率とα紙とδ紙の差をまとめ，Fig.4 に示す．この結果からも，ウレタン軟質シボ形状が２紙における紙粉の差を最も感度良く検出できると考えられる．

Table 1 Classification table of rubber rollers

		Surface shape	
		Abrasion pattern	Emboss pattern
Hardness	Soft	U(s)	U(s, e)
		E(s)	
		S(s)	
	Hard	U(h)	U(h, e)
		E(h)	
		S(h)	



(a) Roller U(s, e)　(b) Roller U(h, e)
(c) Roller U(s)　(d) Roller U(h)
(c) Roller E(s)　(d) Roller E(h)
(c) Roller S(s)　(d) Roller S(h)

Fig.3 Coefficient of friction of rubber rollers slid against paper α and δ

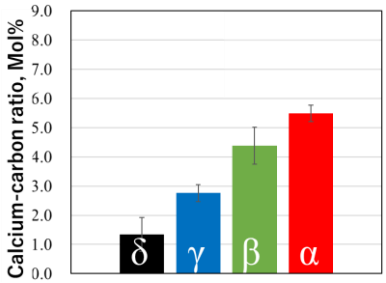


Fig.2 Calcium-carbon ratio of the rubber surface after paper feed analyzed by SEM/EDX

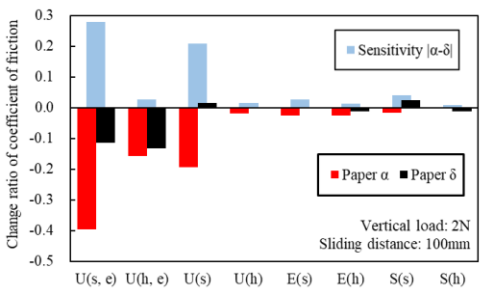


Fig.4 Change ratio of coefficient of friction of rubber rollers slid against paper α and δ

ウレタン軟質シボ形状のゴムローラであるローラU(s, e)を用いて，4紙を評価した結果は，Fig.5に示すように，Fig.2 の給紙試験における紙粉付着量と同じ紙種の序列となった．

次に，すべり摩擦試験前後において，紙の代わりにガラスをゴムローラに接触させて接触部観察を実施し，真実接触面積を測定した．観察には広視野且つ高解像度の画像を取得できる広視野レーザ顕微鏡[2]を用いた．仕様をTable 2に示す．3回の観察で接触面全体を観察し，得られた観察画像にモード法で2値化処理を施し,3枚の画像の黒ピクセル数から真実接触面積を算出した．最も差が生じると予想されるα紙およびδ紙の2紙について，真実接触面積とその変化率をそれぞれFig.6およびFig.7に示す．α紙のほうがδ紙よりも真実接触面積変化率が大きいため紙粉付着量が多い．本研究室における給紙試験後のゴムローラの真実接触面積測定結果[1]より，紙粉付着により1000枚以下の給紙でゴム接触部のほとんどは，ゴムより摩擦係数の小さい紙粉や紙粉を含んだゴム摩耗粒子接触に置換することが判明している．さらに，紙粉付着量の多い紙ほど真実接触面積や摩擦係数を減少させやすい傾向にあり，ゴム接触部面積が減少することで摩擦係数が減少すると考えられる．すべり摩擦試験では，給紙試験と同様に，紙種の違いによってローラ表面への紙粉付着量が異なるため，ローラと紙の接触部の摩擦係数が異なり，摩擦係数減少の仕方に違いが生じると考えられる．

さらに，最も紙粉付着量の多いα紙に対するすべり摩擦試験において，すべり距離に対するゴム表面の変化をSEMにより観察した．100mmすべり摩擦試験後のゴムローラ表面画像をFig.8に示す．試験面において，摩擦方向と直角に周期的な突起アブレージョンパターンの発生を確認できた．すべり距離を短くしアブレージョンパターンを観察したところ，摩擦係数の減少に伴って，アブレージョンパターンが発生，成長していることがわかった．本研究室における給紙試験後のゴムローラ表面観察では，同様に100枚以下の給紙によるゴム表面でのアブレージョンパターンの発生を確認している．また，紙種の違いによってアブレージョンパターンの発生の仕方が異なることもわかっている.すべり摩擦試験では，給紙試験と同様に，紙種の違いによってゴム表面のアブレージョンパターンの発生の度合いが異なるため，摩擦係数減少の仕方に違いが生じると考えられる．ただし，紙粉の介在によるゴム表面の摩耗も影響すると考えられるため，紙粉が摩擦摩耗に及ぼす影響メカニズムを明らかにすることが今後の課題である．

Table 2 Specifications of laser microscope

Laser source	Laser diode (650nm)
Field of view (Plane), mm^2	10×8
Resolution, μm	2.5
Number of pixels, pixels	20000×16000
Scan rate, Lines/min	9000

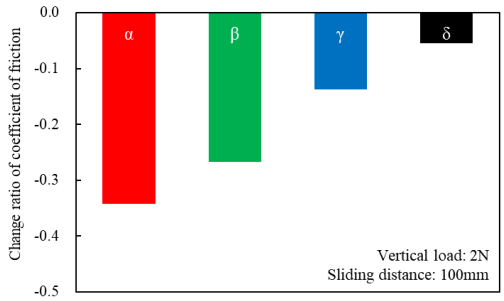


Fig.5 Change ratio of coefficient of friction of rubber roller U (s, e) slid against paper α, β, γ and δ

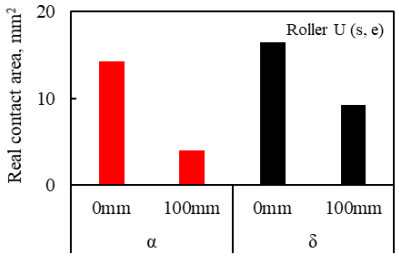


Fig.6 Real contact area of rubber roller U (s, e) slid against paper α and δ

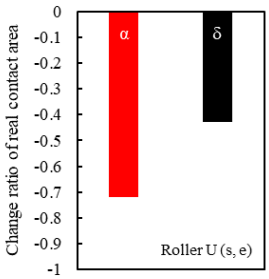


Fig.7 Change ratio of real contact area of rubber roller U (s, e) slid against paper α and δ

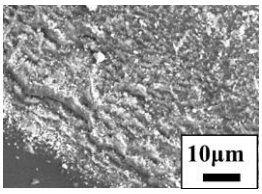


Fig.8 Rubber roller U (s, e) surface after sliding friction tests with paper α

次に,海外市場の 29 紙を本手法によって評価した.紙 29 種はそれぞれ第 1 紙から第 29 紙と呼ぶこととする.紙 29 種のうち,第 13 紙は給紙不良が少なく,第 28 紙は多いことが経験的に知られている．第 13 紙と第28紙のすべり摩擦試験の結果をFig.9に示す.第 13 紙は摩擦係数が減少しないのに対し，第 28 紙は徐々に減少することがわかった.第 13 紙は紙粉付着量が少ないのに対し,第 28 紙は紙粉付着量が徐々に増加し，紙とゴムローラ間の摩擦係数を減少させたと考えられる.ゆえに,すべり摩擦試験を用いた,海外紙の紙粉付着量の予測は可能であると考える.全 29 紙のすべり摩擦試験から摩擦係数変化率を測定した結果を，給紙性能が判明している 4 紙の結果と合わせて Fig.10 に示す.グラフ内右端の緑の棒グラフで示すβ紙と比較すると，大部分は摩擦係数変化率が小さいが，同程度に摩擦係数が減少するものが数銘柄あることがわかった．紙粉付着が給紙に影響する度合いが大きいと考えられる.

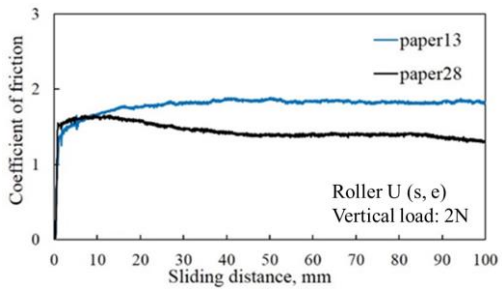


Fig.9 Coefficient of friction of rubber roller U (s, e) slid against paper 13 and 28

４．結言

複合機の給紙性能に影響する紙粉付着の影響を評価する手法の開発を目的として，紙とゴムローラ間のすべり摩擦特性を調査した．すべり摩擦試験における摩擦係数と真実接触面積の測定，ゴムローラの表面観察を行い，給紙試験との比較をし，以下の結言を得た.

(1)　給紙性能が判明している 4 紙を用いたところ,紙種の序列が本手法でも同様であったことから，本手法には一定の妥当性があると考えられる
(2)　本手法における最適ローラ条件は,ウレタン軟質シボ形状であることがわかった
(3)　真実接触面積の減少によって摩擦係数が低下するメカニズムを,すべり摩擦試験でも確認できた.
(4)　海外市場の 29 紙の評価結果では,数種類の銘柄が給紙に対する紙粉の影響が大きいと推測できた.

謝辞

本研究は㈱電通国際情報サービス,㈱ISID エンジニアリングおよび MFP コンソーシアムの支援・協力により行った．この場を借りて感謝申し上げる.

参考文献

1) Y. Tsukiyama, Y. Sato, K. Kato, I. Nitta : Frictional Property and Real Contact Area of Contaminated Rubber Rollers for Paper Feed, Proceedings of ICMDT2017, (2017) 220.
2) I. Nitta, A. Kanno, M. Okamoto, Y. Nagaoka : Study of a New Type of Laser Microscope with Wide Field of View Using a Shrink Fitter, Precision Engineering Journal, 73(11), pp. 1226-1232 (2007)

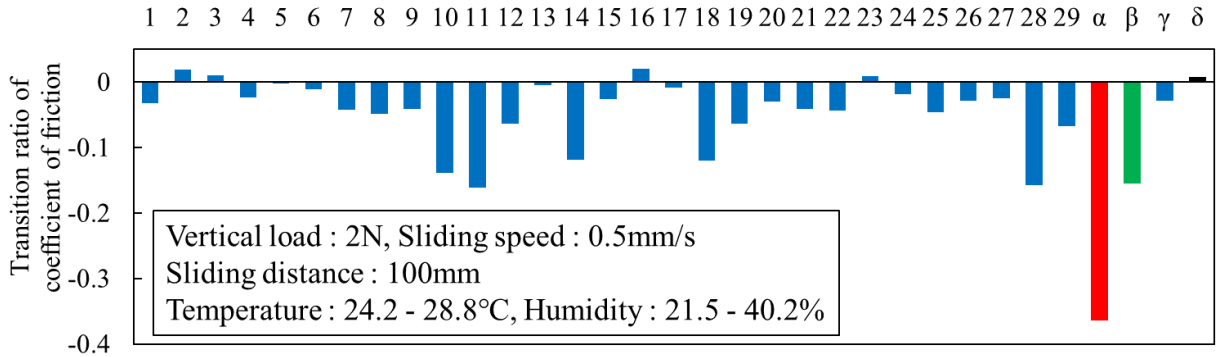


Fig.10 Change ratio of coefficient of friction of rubber roller U (s, e) slid against 29 commercial papers in oversea market

1:00 PM - 4:00 PM (Thu. Jun 21, 2018 1:00 PM - 4:00 PM Reception Hall)

[INP-06p] Photo Amphoteric Compounds Generator of 2,4-diaminobenzenesulfonic Acid as Counter Anion

*Takuya Marushige[1], Shigeru Takahara[1] （1. Chiba University）

1:00 PM - 4:00 PM (Thu. Jun 21, 2018 1:00 PM - 4:00 PM Reception Hall)

[INP-07f] Detection of Radiation Using Distribution of Latent Image Specs of Silver Halide Photographic Materials and Plasmon Resonance (3): Decrease of Background Light by the Improvement of Microscope System

*Ken'ichi KUGE[1], Takahiro ADACHI[1], Atsuhiro UMEMOTO[2], Tatsuhiro NAKA[2], Satoshi KODAIRA[3] （1. Chiba University, 2. Nagoya University, 3. QST）

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション
[PS] インタラクティブセッション ポスター発表
Interactive Session. Poster Presentation
2018年6月21日(木) 13:00 〜 16:00 レセプションホール (けやき会館 三階)

[INP-08i] 広視野レーザ顕微鏡による紙粉付着量の評価 〜ゴムローラの真実接触面観察〜 Evaluation of the Powder Adhesion Amounts by Laser Microscope with Wide Field of View - Real Contact Areas of Rubber Rollers -

*津守 哲矢[1]、加藤 桂介[1]、月山 陽介[1]、新田 勇[1] （1. 新潟大学）
*Tetsuya Tsumori[1], Keisuke Kato[1], Yosuke Tsukiyama[1], Isami Nitta[1] （1. Niigata University）

プリンタ等の紙詰まりは紙搬送用ゴムローラへの紙粉付着が原因とされているが詳細には明らかにされていない．そこで本研究では実際に通紙したゴムローラの表面観察を行い紙粉付着量を広視野レーザ顕微鏡によって可視化し，紙粉付着面積と摩擦に比例関係があることを実験的に明らかにした．また，通紙後のゴムローラ表面を詳細に観察および分析することによりゴムローラ上の紙粉付着量やゴムの摩擦摩耗メカニズムにおよぼす紙粉の影響などを明らかにした．

Paper jams in the printers are caused by the adhesion of paper lint to rubber rollers, but they are not clarified in detail. Therefore, in this study, we observed the surface of rubber roller after paper feeding by wide-field-of-view laser microscope. we visualized the amount of paper lint adhesion and experimentally clarified that the decrease ratio of friction is proportional to the increase ration of paper lint adhesion area. In addition, by observing and analyzing the surface of the rubber roller, amount of paper lint adhesion and its influence on friction and wear was clarified.

広視野レーザ顕微鏡による紙粉付着量の評価
～ゴムローラの真実接触面観察～

津守　哲矢*, 加藤　桂介*, 月山　陽介*,**, 新田　勇*,**

*新潟大学大学院　自然科学研究科　材料生産システム専攻
**新潟大学大学院　自然科学系（工学部）

Evaluation of the Powder Adhesion Amounts by Laser Microscope with Wide Field of View
- Real Contact Areas of Rubber Rollers -

Tetsuya TSUMORI*, Keisuke KATO*, Yosuke TSUKIYAMA*,**, Isami NITTA*,**

* Advanced Materials Science and Technology, Graduate School of Science and Technology, Niigata University

** Institute of Science and Technology (Engineering), Niigata University

One of the main causes of paper jams in the printers is decrease in friction force between rubber rollers and papers by adhesion of paper lint onto rubber surfaces. However, a precise mechanism of the friction decrease is not clear yet. Therefore, in this study, we observed the whole contact interfaces of rubber rollers after paper feeding by a laser microscope with wide field of view. We visualized the amount of paper lint adhesion and experimentally clarified that the friction decrease is proportional to the area of paper lint adhesion. In addition, by observing and analyzing the surface of the rubber roller, influence of paper lint on friction and wear mechanism became clear.

1. はじめに

プリンタなど，紙を扱う機器の問題の一つとして紙詰まりが挙げられる．紙詰まりは紙搬送用ゴムローラの摩擦力低下によって発生し，その主な原因は紙粉付着であると考えられる．しかし，そのメカニズムは詳細にされていない．紙粉付着が摩擦摩耗に及ぼす影響を解明するための計測技術は，紙搬送技術の向上および紙詰まり問題の解決のためのキーテクノロジーといえる．

本研究では紙詰まりの問題解決の１つの手段として，広視野レーザ顕微鏡を用いて通紙前後のゴムローラとガラス板との接触面観察を行った．この手法により真実接触面積 [1]を定量化し，紙粉が真実接触面積および摩擦特性 [2]に及ぼす影響と，真実接触面積と摩擦特性の関係を明らかにした．また，通紙後のゴムローラ表面を詳細に観察および分析することにより，ゴムローラ上の紙粉付着量やゴムの摩擦摩耗メカニズムにおよぼす紙粉の影響などを明らかにした．

2. 実験概要

2.1　装置概要

本研究で使用した広視野レーザ顕微鏡の概略図を図１に，主な仕様を表１に示す.この装置は走査範囲全域で微小なレーザスポットを維持できるため，視野は広く，視野全域において横方向分解能の高い観察が可能である．観察用ジグを用いてゴムローラをガラス板に一定荷重で押し付け，接触面の観察を行った．また，接触面観察後はトルクゲージを用いて巨視すべりが生じる負荷トルクを計測し，摩擦係数μを測定した．

2.2　試験片

材質，硬度，表面形状の異なるゴムローラ７種を用いた．材質はウレタン(U)，エチレン-プロピレン(E)，シリコ

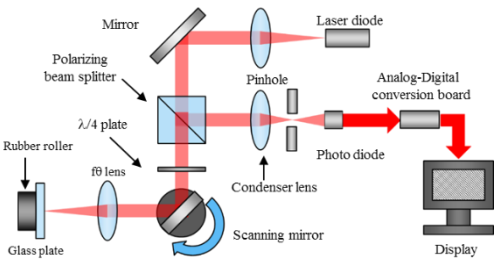


Fig.1 Schematic of wide field of view laser microscope

Table.1 Specifications of wide-field-of-view laser microscope

Laser source	Laser diode (650nm)
Field of view (plane), mm×mm	10×8
Resolution, μm	2.5
Number of pixels, pixels	20000×16000
Scan rate, lines/min	9000

＊〒950-2181 新潟県新潟市西区五十嵐２の町 8050 番地
＊8050 , Ikarashi 2-nocho, Nishi-ku, Niigata, Niigata, 950-2181, Japan
e-mail: tsukiyama@eng.niigata-u.ac.jp, nitta@eng.niigata-u.ac.jp

ーン(s)の 3 種，硬度は軟質(Soft)と硬質(Hard)の 2 種，表面形状は波上の模様が軸方向にのびる中粗研磨(Abrasion pattern)，細かい凹凸のあるシボ(Emboss pattern)の 2 種を用意した．以下，各ゴムローラは表 2 に示した記号で呼ぶこととする．

ゴムローラに紙粉を付着させるため，市販の印刷用紙である α 紙，β 紙，γ 紙，δ 紙の 4 種を用いた．本研究において紙粉とは，填料に含まれる炭酸カルシウム($CaCO_3$)の粉末を指す． 4 紙それぞれの特徴を表 3 に示す．

3 実験結果と考察

3.1 紙粉付着面積の定量化

ゴムローラ表面に紙粉が付着することで真実接触面積が減少すると考えられる．紙粉付着面積の定量化を行うために，通紙前後の真実接触面積(Ar)の測定が必要となる．Ar を測定するため，広視野レーザ顕微鏡を用いてゴムローラ-ガラス板間の接触面観察を行った．押し付け荷重は 2N である．通紙前のローラの接触面画像(8bit グレースケール)を図 2(a)に示す．画像内で低輝度の箇所が真実接触面積であり，ゴム接触部と考えられる．この画像を 2 値化処理した後，黒ピクセルを数えることで真実接触面積を Ar として定量化することができた．

次に紙粉が Ar に及ぼす影響を調べるため，複合機を用いて 2.2 節で示した紙を通紙し，ローラに紙粉を付着させ，通紙前と同様に接触面観察を行った．通紙後のローラの接触面画像を図 2(b)に示す．通紙後は Ar が大きく減少していることが分かる． これは紙粉の付着により Ar が減少したと考えられる．

Table.2 Classification table of rubber rollers

		Surface shape	
		Abrasion pattern	Emboss pattern
Hardness	Soft	U(s)	U(s, e)
		E(s)	
		S(s)	
	Hard	U(h)	U(h, e)
		E(h)	
		S(h)	

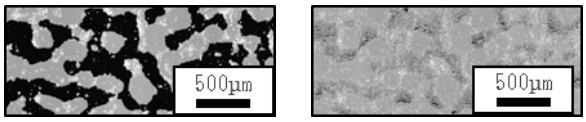
Table.3 characteristics of paper

Paper	Particle type ($CaCO_3$)	Amount (by SEM/EDX)
α	Light	Large
β	Light	
γ	Heavy	
δ	Heavy and light	Small

3.2 真実接触面積と摩擦特性の関係

紙粉量の違いが真実接触面積と摩擦特性に与える影響を調べるため，紙粉量の異なる α 紙と δ 紙を用いた通紙試験を行い，通紙前後で Ar および μ を比較した．U(s.e)に関して，Ar および μ と通紙枚数の関係を図 3 に示す．α 紙通紙後の Ar を Ar(α)，μ を μ(α)と表記した．δ 紙に関しても同様に示している．α 紙を通紙した場合 Ar 及び μ は 1k 枚まで減少し，その後は一定値を示した．δ 紙の場合は 1k 枚以降も緩やかに減少する傾向がある．このことから，紙粉量の多い紙の方が Ar を減少させやすい可能性が示された．なお，U(s.e)以外のローラに関しても図 3 と同様の傾向を示したので，紙面の都合上本稿からは割愛させて頂く．

次に，Ar が μ にどのような影響を及ぼすかを調べるため，通紙前後の実測値から Ar 減少率 ΔAr/Ar 及び μ 減少率 Δμ/μ を算出した．図 4 に示すように，ゴムローラ種，紙種に拘らず， Ar 減少率と μ 減少率は概ね線形関係にあることが明らかとなった．この結果から，ゴムローラの摩擦力低下は，通紙に伴うゴムローラの真実接触面積の減少が原因であることが示された．



(a) Before paper feeding　(b) After paper feeding

Fig.2 Observed images of contact area between rubber rollers and glass plates

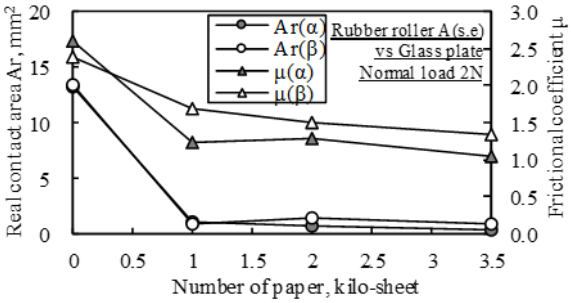


Fig.3 Relationship between Ar and μ of rubber roller U(s.e)

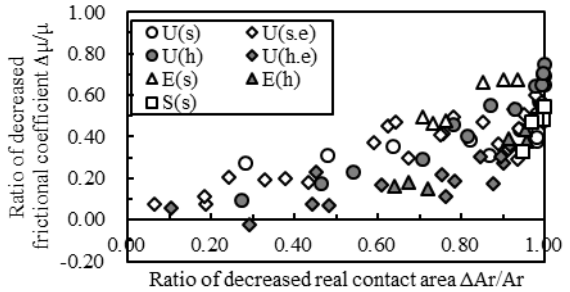
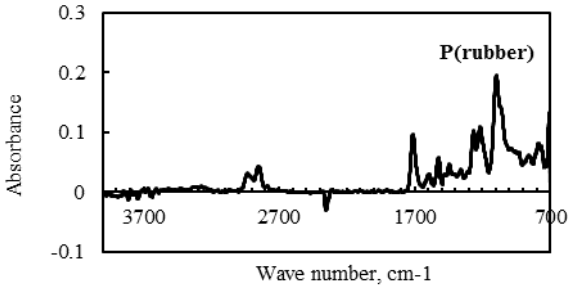


Fig.4 Relationship between ΔAr/Ar and ΔF/F of rubber rollers

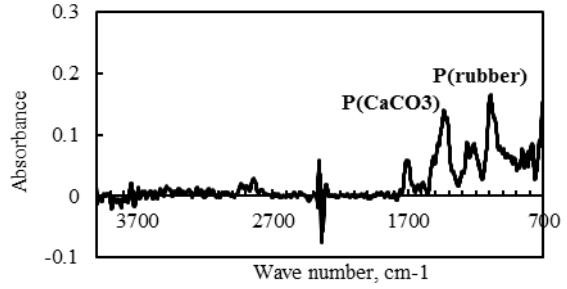
3.3 紙粉付着量の定量化

通紙試験後のゴムローラ表面に$CaCO_3$がどの程度付着するかを調べるため，赤外顕微鏡を用いた FT-IR 分析を行った．通紙前後のゴムローラ表面の FT-IR 分析結果を図 5 にそれぞれ示す．通紙前では波長 1000-1300 付近にゴム特有のピーク P(rubber)を確認したが，通紙後は P(rubber) に加えて波長 1300-1600 付近に$CaCO_3$特有のピーク P($CaCO_3$)を確認した．紙上の紙粉が通紙によりゴムローラ表面に付着したためだと考えられる．ゴムローラへの紙粉付着量の定量化を行うために P(rubber)と P(CaCO3)の比を用いるピーク強度比を利用した．これらのピーク強度比 P_{CaCO3}/P_{rubber} を紙粉付着度と呼び，紙粉付着量を示す新たな指標とした．

Ar と μ，通紙枚数，紙粉付着量度の関係を詳しく調査するため，低通紙枚数の通紙試験をゴムローラ A(s,e)に固定して行った．通紙枚数と Ar 減少率の関係を図 6 に示す．μ については Ar と同様の傾向を示したため本稿からは割愛させて頂く．Ar は，α 紙，β 紙は 20 枚まで急激に減少，γ 紙は 50 枚まで徐々に減少， δ 紙は 100 枚まで徐々に減少する結果となった．このことから，$CaCO_3$ 量の多い紙ほど $CaCO_3$ が付着し易く，Ar および μ を減少させ易いと考えられる．また，γ 紙の Ar の推移が，γ 紙と同程度の $CaCO_3$ 量を持つ α 紙，β 紙のものよりも緩やかであることに関して，使用されている $CaCO_3$ の形状の影響があると考えられる． Ar および μ 減少の結果からすると，重質 $CaCO_3$ は軽質 $CaCO_3$ よりもゴムローラに付着し難いため，γ 紙の Ar および μ は α 紙，β 紙のものよりも緩やかに減少することが示唆される．



(a) before paper feeding



(b) after paper feeding

Fig.5 ATR spectrum of rubber roller and μ of rubber roller

次に通紙枚数と紙粉付着度の関係を図 7 に示す．通紙枚数の増加に伴い，紙粉付着度が増加することを確認した．また，$CaCO_3$ 量が多い紙ほど紙粉付着度の増加が速いことを確認した．これは，図 6 で示した通紙枚数と Ar 減少率の関係とほぼ一致している．よって，通紙に伴う Ar および μ の減少は，紙からゴムローラ表面に $CaCO_3$ を主とした紙粉が付着することが原因である可能性が高い．

3.4 ゴムローラの摩耗形態に及ぼす紙粉の影響

紙粉量の違いがゴム摩耗特性に与える影響を調べるため，ゴムローラの材質を U(s,e)に固定して紙粉量の異なる α 紙，δ 紙の通紙試験を行った． 2000 枚通紙前後の表面観察画像を図 8 に示す．通紙後ゴムローラのシボ突起部付近に通紙前には存在しない白い付着物を確認した．この付着物を FT-IR 分析した結果，ゴムと $CaCO_3$ の混ざった摩耗粒子であることが判明した．$CaCO_3$の反射率が高いため，それを含む摩耗粒子が白く写ったと考えられる．また，摩耗粒子を比較すると α 紙よりも δ 紙の方が明らかに大きい．通紙枚数と摩耗粒子サイズの関係を図 9 に示す．摩耗粉サイズは紙搬送方向(縦方向)とゴムローラ軸方向(横方向)の測定値を用いた二軸平均径により求めた．摩耗粒子の発生は，α 紙では 200 枚付近であるのに対して δ 紙では 600 枚付近である．ゴムは単位長さあたりの摩擦力によって摩耗生成物すなわち摩耗形態が異なる [3]ため，摩耗粒子発生は，α 紙では紙粉付着による摩擦力の低下，δ 紙ではシボ突起の摩耗による接触面積増加が原因となったと考えられる．紙上の紙粉量が多いと摩耗形態の変化は早くなるなど紙粉量はゴムの摩耗特性に

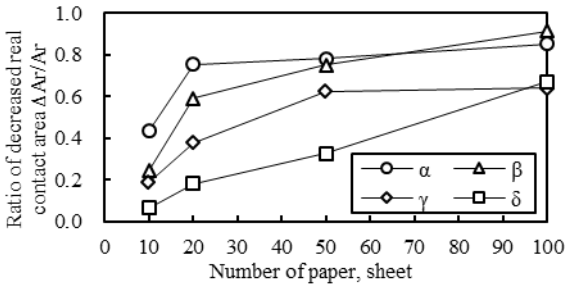


Fig.6 Relationship between Ar and number of paper

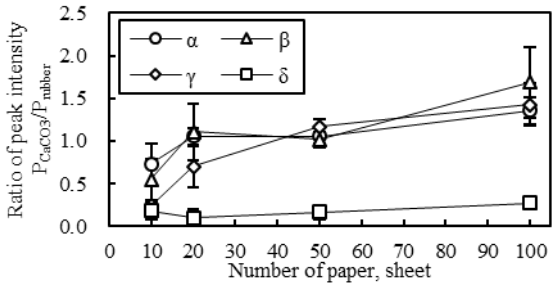
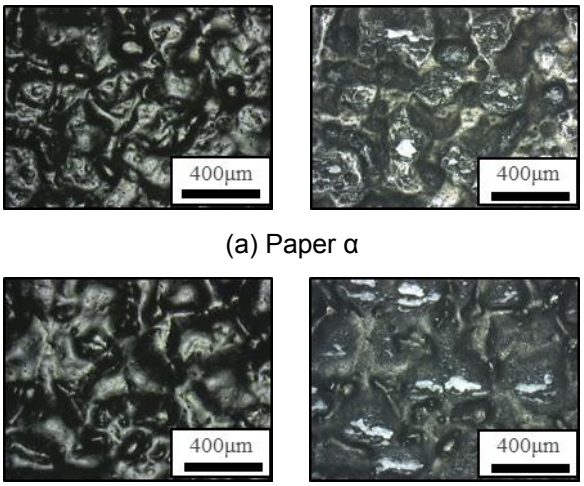


Fig.7 Relationship between number of paper and P_{CaCO3}/P_{rubber}

も影響を与えることが示された．またα紙，δ　紙で摩耗粒子の到達サイズ異なっている．これは，摩耗粒子の紙粉含有量の違いが影響したと考えられる．摩耗粒子の紙粉含有量の比較を行うために走査型電子顕微鏡による EDS 分析による定量分析を用いた．測定結果を図 10 に示す．これは摩耗粒子内の紙粉のモル％を示している．これより紙粉含有量はα紙の方が　δ　紙よりも多いということが示唆された．摩耗粒子は紙上の紙粉量が多いほど早く成長して脱落し，脱落時のサイズは小さくなることが判明した．



(a) Paper α

(b) Paper δ

(c) Before paper feeding　(d) After paper feeding (2000 sheets)

Fig.8 surface of rubber roller

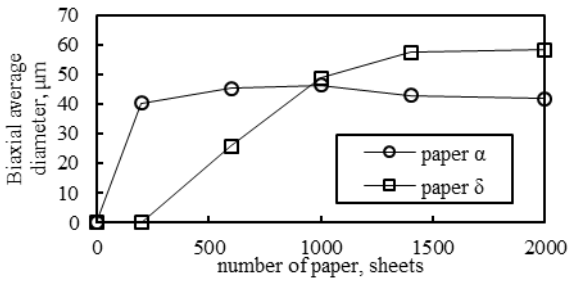


Fig.9 Size of rubber debris

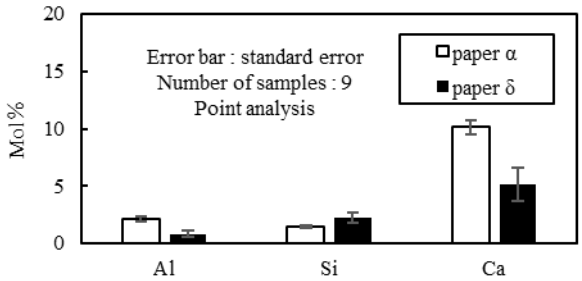


Fig.10 Amount of paper lint in rubber debris (by SEM/EDX)

4. 結言

広視野レーザ顕微鏡を用いて紙搬送用ゴムローラの接触面観察，また通紙後ゴムローラ表面の詳細な分析や観察を行ったことで以下の結言を得た．

(1) ゴムローラ-ガラス板間の接触面観察を行い，ゴム接触部を真実接触面積 Ar として定量化した．

(2) 異なるゴム種，紙種を用いても，真実接触面積が減少することにより，摩擦力が減少する傾向があった

(3) ゴムローラの真実接触面積と摩擦係数の減少は紙粉が付着することで生じ，紙粉量や紙粉形状などにより減少の仕方は異なる．

(4) 紙上の紙粉量が多いほど，ゴムの摩耗形態の変化は早くなり，摩耗粒子は早く成長して脱落し脱落時のサイズは小さくなる．

謝辞

本研究は㈱電通国際情報サービス，㈱ISID エンジニアリングおよび MFP コンソーシアムの支援・協力により行った．この場を借りて感謝申し上げる．

参考文献

1) Isami Nitta, Akihiro Kanno, Michiya Okamoto, Yasushi Nagaoka：Study of a New Type of Laser Microscope with Wide Field of View Using a Shrink Fitter，Journal of the Japan Society for Precision Engineering，Vol.73,No11(2007) [in Japanese]，pp. 1226-1232

2) Noriaki Okamoto, Kazuhiro Ohtani, Keiichiro Misawa, Kenji Yoshida：study on Velocity Characteristics and Mechanics of Paper Feeding with Rubber-Covered Roller Drive，Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers，Vol.67,No654(2001-2) [in Japanese]，pp.475-482.

3) Asahiro Ahagon：Chemical Aspect of rubber Abrasion, NIPPON GOMU KYOKAISHI, Vol.79,No10(2006) [in Japanese], pp.500-506.

1:00 PM - 4:00 PM (Thu. Jun 21, 2018 1:00 PM - 4:00 PM Reception Hall)

[INP-09p] Development of Porous Metal Foil and Its Application

*Hirokazu Sawada[1], Jyunji Kawaguchi[1] （1. Fujifilm Corporation）

1:00 PM - 4:00 PM (Thu. Jun 21, 2018 1:00 PM - 4:00 PM Reception Hall)

[INP-10f] Development of Nuclear Emulsion with Silver-bromide Crystals Introduced Edge Dislocation

*Akira NISHIO[1], Kunihiro MORISHIMA[1], Mitsuaki KUNO[1], Yuta MANABE[1], Nobuko KITAGAWA[1], Ken-ichi KUWABARA[1], Tetsuo YOSHIDA[1] （1. Nagoya University）

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション
[PS] インタラクティブセッション ポスター発表
Interactive Session. Poster Presentation
2018年6月21日(木) 13:00 〜 16:00 レセプションホール (けやき会館 三階)

[INP-11i] フォトリソグラフィー技術を用いた酸化ニオブ薄膜による干渉色の混色
Color Mixture of Interference Color by Niobium Oxide Thin Film Using Photolithography.

*阿部 裕太[1]、小松 功[1]、前田 秀一[1] （1. 東海大学）
*Yuta Abe[1], Isao Komatsu[1], Shuichi Maeda[1] （1. Tokai University）

ニオブは陽極酸化によって表面に酸化ニオブが形成され、電圧の変化によって様々な色に発色可能なことが知られている。これは薄膜干渉に起因し、紫外線に対して劣化・退色しない、ある程度高温にも耐えられるなどといったメリットを持つ。しかし、陽極酸化による発色は酸化ニオブ層の膜厚に関係しているため、発色したニオブ基板上に新たな色を置いて混色させることができない。本研究ではニオブ基板上にフォトリソグラフィーの技術による画像形成手法を用いて市松模様のパターンを形成し、並置加法混色によって混色を行うことを目的とした。結果、異なる電圧によって着色した2つの色を混色させ、新しい色を作り出すことに成功した。

An anodic oxidized niobium (Nb) layer on Nb plate makes various colors. A driving force of the coloration is considered to be the thin film interference of the anodic oxidized layer on the Nb plate. However, color development by anodic oxidation is related to the thickness of oxidized Nb layer, it is impossible to place a new color on the colored Nb plate. The focus of this research is to make a checkerboard pattern on the Nb plate by photolithography and juxtaposed additive color mixture. Consequently, we succeeded in mixing two colors colored with creating a new color.

フォトリソグラフィー技術を用いた酸化ニオブ薄膜による干渉色の混色

阿部　裕太*，小松　功**，前田　秀一*,**

*東海大学大学院　工学研究科　電気電子工学専攻
**東海大学大学院　総合理工学研究科　総合理工学専攻

Color mixture of interference color by niobium oxide thin film using photolithography .

Yuta Abe*, Isao Komatsu**, Shuichi Maeda*,**
* Course of Electrical and Electronic Engineering, Graduate School of Engineering, Tokai University
** Course of Information Science and Technology, Graduate School of Science and Technology, Tokai University

An anodic oxidized niobium (Nb) layer on Nb plate makes various colors. A driving force of the coloration is considered to be the thin film interference of the anodic oxidized layer on the Nb plate. However, color development by anodic oxidation is related to the thickness of oxidized Nb layer, it is impossible to place a new color on the colored Nb plate. The focus of this research is to make a checkerboard pattern on the Nb plate by photolithography and juxtaposed additive color mixture. Consequently, we succeeded in mixing two colors colored with creating a new color.

1. 背景

ニオブは陽極酸化によってニオブ表面に透明な酸化ニオブ膜が形成され，様々な色に着色可能なことが知られている．これは薄膜干渉に起因し，陽極酸化時の電圧に応じて，酸化ニオブの膜厚は成長する．ニオブの膜厚の変化による薄膜干渉により，赤，青，緑，紫，金など様々な色に変化させることが可能である．[1-2)]

薄膜干渉による色は紫外線に対して劣化・退色しない，異物が混入する危険性が無い，ある程度高温にも耐えられるなど，他の着色方法にはないメリットを持つことから，紫外線殺菌処理や高温殺菌処理などが頻繁に行われる医療現場での応用も期待できる．しかし，陽極酸化による発色は酸化ニオブ層の膜厚に関係しているため，発色したニオブ基板上の上に新たな色を置いて混色させることができないという問題がある．

2. 目的

先行研究において，フォトリソグラフィーの技術を用いてニオブ上にフォトレジストマスクを形成し陽極酸化を行うことでニオブ表面に高精細な画像を形成することに成功している．本研究ではフォトリソグラフィーの技術による画像形成手法を用いてニオブ表面に細かい市松模様のパターンを形成し，並置加法混色によって混色を行うことを目的とした．

3. 実験

3.1 マスクの作製

OHP フィルム上（KOKUYO㈱，VF-1420N）にレーザープリンター（Canon㈱，Satera，LBP7010C）を用いて Photoshop（Adobe，Photoshop CS5.1(64bit)）上で作成した 1pt のドットの市松模様を印刷した．印刷した OHP フィルムを 25mm×25mm 四方に切り出してマスクとして使用した（Fig.1，Fig.2）．

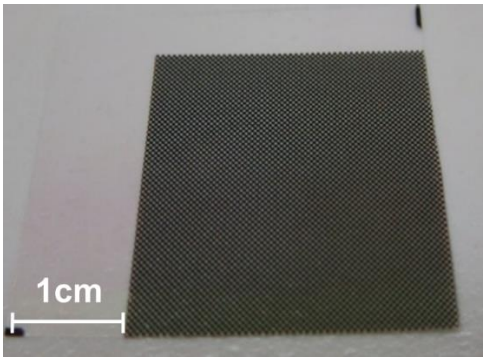


Fig.1 Mask image

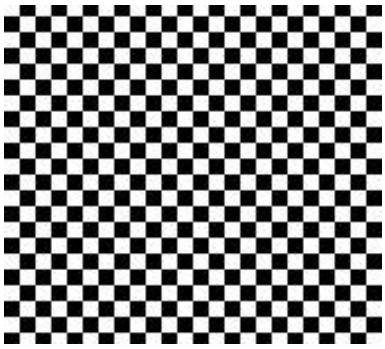


Fig.2 Enlarged image of mask (Image is for illustration purposes)

3.2 フォトレジストマスクの作製

ニオブ板（㈱ニラコ，0.10mm 厚）を 25mm×25mm に切り出した後，スピンコーター（㈱アクティブ，ACT-220DⅡ）を用いて回転数 1500rpm でニオブ板上にフォトレジスト液（$C_2H_5O(CH_2)_2OH$，富士薬品工業

＊〒259-1292 神奈川県平塚市北金目 4-1-1
＊4-1-1 Kitakaname, Hiratuka-shi, Kanagawa, 259-1292, Japan
e-mail: 4bef1204@mail.u-tokai.ac.jp

㈱）を 5 滴たらしてコーティングした．その後ドライオーブン（増田理化工業㈱，SA31）を用いて 90℃で 5 分間乾燥させた．ドライオーブンから取り出したニオブ板の上に蒸留水を一滴垂らしその上にマスク，蛍石を順に乗せ 25 秒間 UV ランプで照射した（Fig. 3）．その後 20wt％の FPPR 現像液（Na_2O_3Si, 富士薬品工業㈱）に約 10 秒間浸けて現像し，蒸留水で洗浄した．

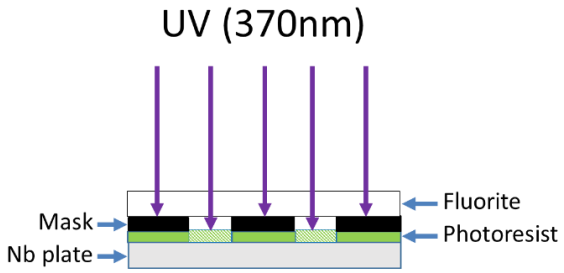


Fig.3 Schematic diagram showing UV irradiation

3.3 ニオブの陽極酸化処理（着色）

ビーカーに電解液として 5wt％のクエン酸水溶液を 100ml 調製した．表面にフォトレジストマスクを形成したニオブを陽極に，白金を陰極にセットし，電圧を 5 分間印加させた．その後アセトンでフォトレジストマスクを取り除き，蒸留水で洗浄した．その後，洗浄したニオブを再び陽極にセットし，電圧を 1 回目とは値を変えて 5 分間印加した．（Fig. 4）本実験では 1 回目に印加する電圧が 30V，2 回目が 10V の場合と，1 回目が 60V，2 回目が 20V の場合の二つの条件でサンプルを作製した．

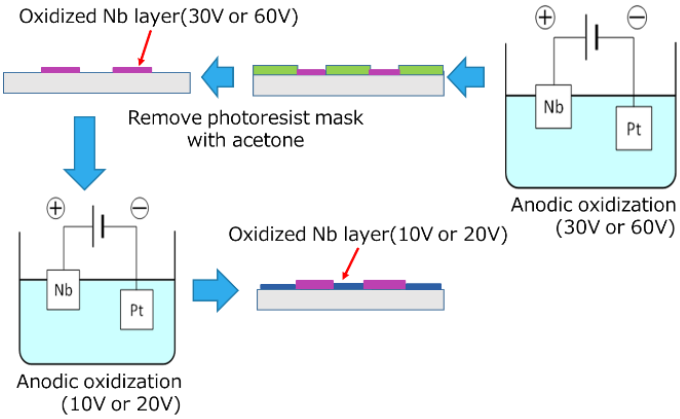


Fig.4 Schematic diagram showing during anodizing treatment

3.4 分光反射率測定

上記の方法で作製したサンプル 2 つと 10V，20V，30V，60V のみでそれぞれ陽極酸化したニオブ板の計 6 つを分光光度計（日本分光㈱，V-670）で 380nm～780nm の波長範囲で反射率を測定した．

4. 結果と考察

30V で陽極酸化後，10V で陽極酸化したサンプルを Fig. 5，60V で陽極酸化後，20V で陽極酸化したサンプルを Fig. 6 に示す．

Fig.5 Niobium plate image, Mixture of 10V+30V

Fig.6 Niobium plate image, Mixture of 60V+20V

次に，各サンプルの分光反射率測定の結果を Fig. 7，Fig. 8 に示す．

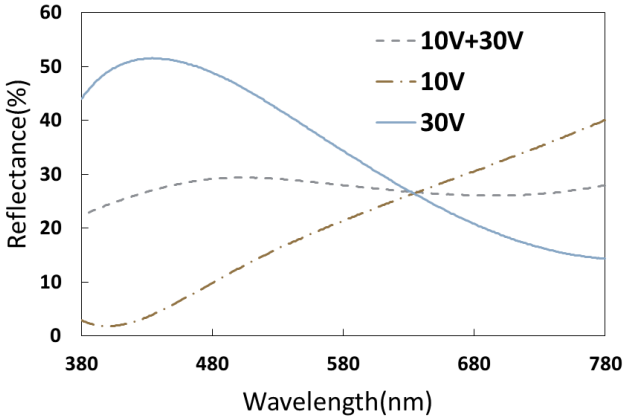


Fig.7 Reflectance of samples (10V,30V,10V+30V)

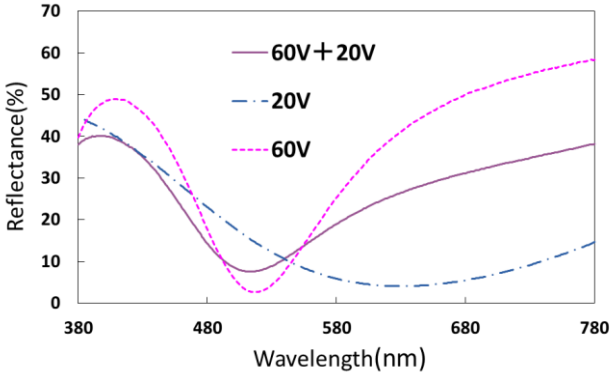


Fig.8 Reflectance of samples (20V,60V,60V+20V)

Fig.7 と Fig.8 から 10V+30V の波形は 10V と 30V の波形を足し合わせた形をしている．また，60V＋20V の波形は 20V の波形と 60V の波形が合わさった形をしている．このため，10V+30V と 60V+20V のサンプルの色は混色していると考えられる．この分光反射率から 6 つのサンプルの RGB 値を算出し，ディスプレイ上に色を出力した（Table1，Table2）．また，10V+30V と 60V+20V のサンプルの計算上の色を求め，ディスプレイ上に出力した（Fig.9）．

Table1 RGB value and color of sample (10V,30V,10V+30V)

Voltage (V)	10V+30V	10V	30V
R	141	145	136
G	144	115	167
B	149	68	197
Color			

Table2 RGB value and color of sample (20V,60V,60V+20V)

Voltage (V)	60V+20V	60V	20V
R	153	188	45
G	85	65	95
B	146	177	165
Color			

R:141
G:141
B:133

R:117
G: 80
B:171

Fig.9 Calculation Color

Table1，Table2 の混色したサンプルの色を見てみると，１つの電圧だけで着色した色とは違う色になっていることが分かる．このことから二つの干渉色を並置加法混色させることで新しい色を作り出せる事が確認できた．しかし，Fig.9 の計算上の色と比べると色が異なっていることがわかる．この違いを確かめる為に，Photoshop を用いてサンプルの色と計算上の色の L*a*b*値を求めて色差を計算し（Table3，Table4），求めた L*a*b*値を色度図上にプロットした．（Fig.10，Fig.11）

Table3 L* a* b* value and color difference of calculated color with sample of 10V+30V

	L*	a*	b*	⊿Color Difference
Sample Color	60.22	-3.46	0.83	4.59
Calculation Color	58.00	-1.00	4.00	

Table4 L* a* b* value and color difference of calculated color with sample of 60V+20V

	L*	a*	b*	⊿Color Difference
Sample Color	46.47	32.81	-18.54	26.10
Calculation Color	41.00	31.00	-44.00	

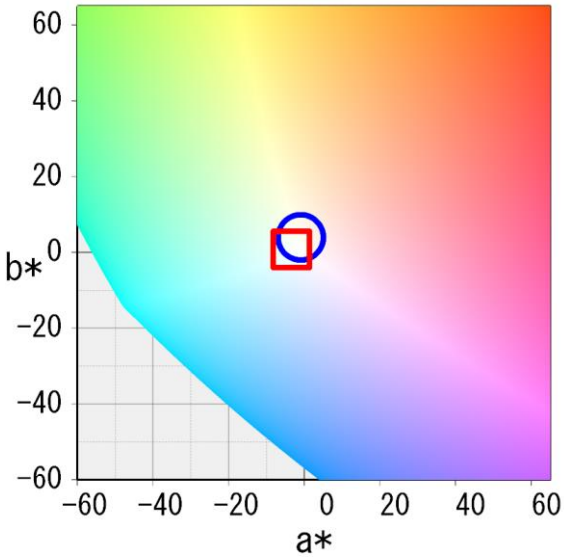


Fig.10 Chromaticity diagram of sample and calculated color (10V+30V)

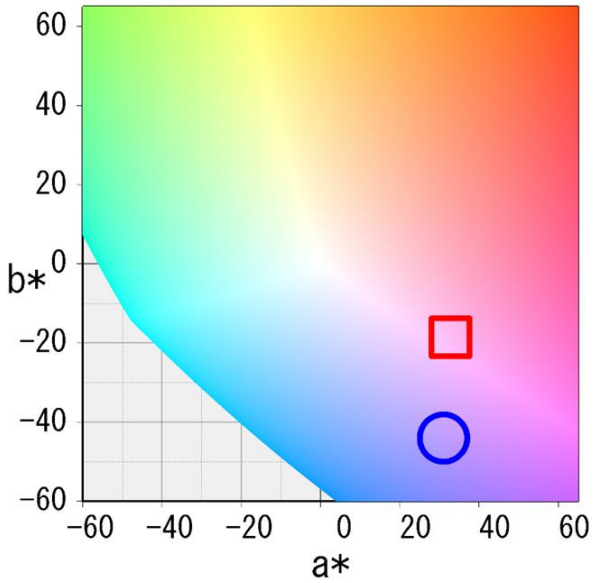


Fig.11 Chromaticity diagram of sample and calculated color (60V+20V)

Table3，Table4 と Fig. 10，Fig. 11 の結果から作製したサンプルの色は 10V+30V のサンプルは計算上の色と比べると色差は少ないが，60V+20V のサンプルは色差が大きく混色してないように見える．この色の違いの原因を探るため，60V+20V のサンプルを光学顕微鏡で観察した（Fig. 12）.

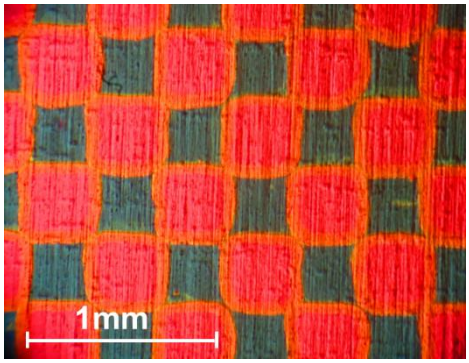


Fig.12 Optical microscopic image of the sample (60V+20V)

60V+30V のサンプルを顕微鏡で観察すると青色の四角の枠に黄色の縁取りがあるのが確認できる．分光反射率測定を行ったときに，縁取り部分の色の光が反射したことでサンプルの長波長帯の分光反射率が大きくなり，算出される色の値に影響が出たと考えられる.

この現象が起こった原因としては、露光時にマスクのピントがずれてしまい，フォトレジストマスクがきちんと形成されなかったことで，60V で陽極酸化した時にマスクの弱いエッジ部分が着色されてしまったと考えられる.

5. 結論

フォトリソグラフィーの技術を用いて二つの異なる干渉色を並べ合わせることで並置加法混色によって新たな色を作り出すことが出来た.

6. 今後の展望

今回の実験でフォトレジストマスクが綺麗に形成されていないことが分かった. このため, 露光時間, 光源，マスクと基板の密着度，光源，光源からマスクまでの距離，現像時間などと言ったフォトレジストマスクの作製条件を見直す必要があると考えられる．また，解像度がまだあまり良くないため，混色したサンプルを近くで見ると，混色した二つの色がハッキリと分かれて見えてしまう．このため，今後は更に細かいパターンのマスクを使用してフォトレジストマスクの形成，混色を行っていきたい.

参考文献

1) K. Kuroda, “World of interference color, Art and technology, Titanium and Niobium”, Koshinsha, (2007). [in Japanese]
2) I. Komatsu, H. Aoki, M. Ebisawa, A. Kuroda, K. Kuroda, S. Maeda, "Color change mechanism of niobium oxide thin film with incidental light angle and applied voltage", Thin Solid Films, **603**, pp. 180-186 (2016)

1:00 PM - 4:00 PM (Thu. Jun 21, 2018 1:00 PM - 4:00 PM Reception Hall)

[INP-12p] Drying and Curling of Thin Liquid Films with Photo-curing Reactions: a Confocal Raman Spectroscopy

*Hirokazu Yoshihara[1], Masato Yamamura[1] （1. Dai Nippon Printing Co., Ltd.）

1:00 PM - 4:00 PM (Thu. Jun 21, 2018 1:00 PM - 4:00 PM Reception Hall)

[INP-13f] Searching the Nuclear Emulsion’ s Supporting Base for Improvement of Detector Performance

*Yuta MANABE[1], Kunihiro MORISHIMA[1], Nobuko KITAGAWA[1], Akira NISHIO[1], Mitsuaki KUNO[1] （1. Nagoya University）

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション

[PS] インタラクティブセッション ポスター発表
Interactive Session. Poster Presentation

2018年6月21日(木) 13:00 〜 16:00 レセプションホール (けやき会館 三階)

[INP-14i] ミセル電解銅フタロシアニン膜の酸化還元に伴う結晶転移
Crystal Form Transitions Accompanied by Redox Reactions in Copper Phthalocyanine Films Prepared by the Micellar Disruption Method

*加藤 雄大[1]、宮良　祐美[1]、星野 勝義[1] （1. 千葉大学）
*Yuta Kato[1], Yumi Miyara[1], Katsuyoshi Hoshino[1] （1. Chiba University）

現在、有機顔料の薄膜形成における手法として真空蒸着法が広く用いられている。しかし、この手法は熱で結晶転移が起こる銅フタロシアニン(CuPc)のような物質において、酸化還元挙動の研究を行う上で不適当であった。当研究室で開発されたミセル電解法によれば常温・常圧下で薄膜作製を行うことができ、電気化学反応の検討を行うことができる。そこで、本研究ではミセル電解法によりα、βおよびε形CuPc薄膜を作製し、酸化還元反応に伴う結晶転移の検討をを行った。その結果、α形は維持されるが、β形およびε形は一部がα形に転移するという興味深い結果が得られた。

ミセル電解銅フタロシアニン膜の酸化還元に伴う結晶転移

加藤　雄大*，宮良　祐美*，星野　勝義*

*千葉大学大学院 工学研究院物質科学コース

Crystal Form Transitions accompanied by redox reactions in Copper Phthalocyanine Films Prepared by the Micellar Disruption Method

Yuta Kato*, Yumi Miyara*, Katsuyoshi Hoshino*

*Department Materials Science, Graduate School of Engineering, Chiba University

Films of α, β, and ε-type copper phthalocyanines were prepared by the micellar disruption method, and their redox properties were investigated by cyclic voltammetry in acetonitrile. The latter two films exhibited a pair of oxidation-reduction waves, which was accompanied by the color change between blue and purple. Similarly, the former α-type copper phthalocyanine film showed one oxidation wave, however, the oxidized state was reduced in two successive steps. X-ray diffraction measurement revealed that the first reduction step was ascribed to the change in the crystal form (physical change) and that the second reduction step was based on the electron injection into the film (chemical change). Moreover, the measurements demonstrated that the β-type and ε-type copper phthalocyanine films were converted in crystal form to the α/β-type and β-type films, respectively, by the redox reactions.

１．はじめに

有機顔料の薄膜形成における手法として真空蒸着法が広く用いられている。しかし真空蒸着法により形成された薄膜は電極上に緻密な膜を形成するために膜内部へのイオンの出入りが困難となり、結果的にエレクトロクロミック（EC）素子への展開は限定的となる。この場合の EC 現象は極薄膜の条件下で、かつ限られた支持電解質・溶媒の条件下で発現することが知られている [1)]。また、いくつかの結晶多形をもつが、熱によって結晶転移を生じてしまうような有機物質は、最も安定な結晶形の EC 特性しか検討対象にはならない。そのため、代表的な有機顔料である銅フタロシアニン(CuPc)のような物質においては、その EC 特性を論じる上では真空蒸着法による製膜は不適当であった。

一方､著者の一人が開発に携わったミセル電解法によれば、有機・無機あるいは顔料・色素の別にかかわらず多孔質膜が得られるため、制限された条件下でなくても EC 現象が生じる可能性がある。また、ミセル電解法の製膜過程では加熱、加圧、有機溶媒の暴露などが含まれないため、顔料の結晶系が維持される利点もある [2-6)]。そこで、本研究ではミセル電解法によりα型、β型およびε型銅フタロシアニン（CuPc）膜を作成し、その電気化学反応について検討を行ったのでその結果について報告する。

〒263-8522 千葉県稲毛区弥生町 1-33
1-33 Yayoi-cho, Inage-ku, Chiba, 263-8522 , Japan
e-mail: k_hoshino@faculty.chiba-u.jp

２．ミセル電解法の製膜原理

Fig. 1 にミセル電解法の製膜原理を示す。ミセル電解法では、疎水部に酸化還元能を有するフェロセニル基持つ界面活性剤を用いて電極上に顔料を堆積させる。本研究においては、界面活性剤として 11-ferrocenylundecyl polyoxyethylene grycol (FPEG)を用い、CuPc の分散液を作製した。分散液中には、CuPc-FPEG 会合体、FPEG ミセル及び FPEG モノマーが共存しているが、FPEG モノマーが電極酸化を受けると(Fig. 1, STEP ①)、その濃度を補償するように FPEG ミセルの開裂及び会合体からの FPEG の脱

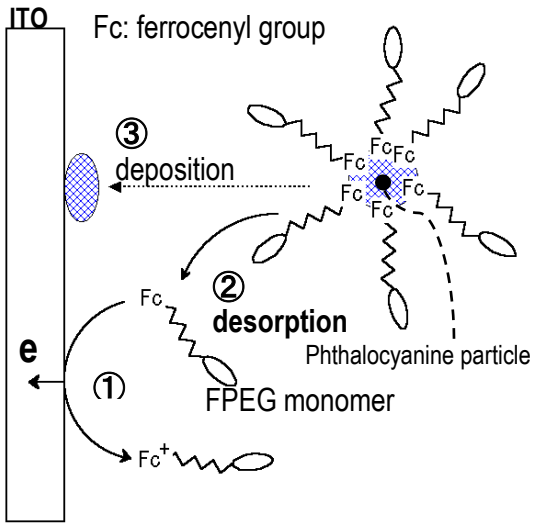


Fig. 1 A schematic illustration of the film formation mechanism of the micellar disruption method.

着が生じる(Fig. 1, STEP ②)。その脱着の結果、顔料粒子の分散安定性が低下し、電極基板上に堆積して薄膜を形成することになる(Fig. 1, STEP ③)。

３．実験

３．１　製膜

製膜材料としては、α, βおよびε型銅フタロシアニン(α, β, ε-CuPc)を用いた。製膜用分散液は、CuPc (10 mM) 、FPEG (2 mM)および支持塩（LiBr, 0.1 M）をイオン交換・蒸留水に添加し、ボールミル分散することにより調整した。

膜堆積セルには三電極式セルを用い、動作電極にITO、対向電極には白金板、参照電極には銀/塩化銀電極 (Ag/AgCl)を用いた。動作電極である ITO に 0.5 V vs. Ag/AgCl の電位を印加することで CuPc の薄膜を得ることができる [1]。

３．２　エレクトロクロミック特性測定

CuPc 膜の EC 特性は、0.1 M 過塩素酸テトラブチルアンモニウムを溶解したアセトニトリル溶液に上述の CuPc 膜修飾 ITO 電極を浸漬して動作電極とし、窒素雰囲気下で、サイクリックボルタンメトリーおよびクロノアンペロメトリーを行うことにより評価した。

３．３　Ｘ線回析測定

サイクリックボルタンメトリーを行った時と同じ電解溶液中で CuPc 薄膜に一定電位を印加し、酸化状態および還元状態の CuPc 薄膜を作成した。そして、薄膜 XRD 測定により、各酸化還元状態における膜の結晶形の判定を行った。

４．結果

４．１　エレクトロクロミック特性

作成した 0.55 μm 厚のミセル電解α-CuPc 薄膜のサイクリックボルタンモグラムを Fig. 2 に示す。電位をアノード方向に掃引すると、1.2 V 近傍で酸化波が見られ、膜の色が青色から紫色に呈色する様子が観察された。また、カソード掃引では 0.7 V 付近では紫色から青色に変化するエレクトロクロミック特性を示した。なお、カソード掃引では 1.0 V 近傍でも還元波が見られたが、この還元波では色変化を伴なわなかった。すなわち、粒子の再配列や結晶構造の変化等の物理的な変化に基づく変位電流に起因する可能性が高い。

次に、0.32 μm 厚のミセル電解β-CuPc 薄膜のサイクリックボルタンモグラムを Fig. 3 に示す。α-CuPc 薄膜と同様に、アノード方向に掃引すると 1.2 V 近傍で酸化波は確認でき、青色から紫色への色変化を生じたが、カソード掃引ではα-CuPc 膜に見られた 1 V 付近の還元波が見られなかった。これは、アノード酸化によって生成された過塩素酸ドープβ-CuPc 粒子が電位的に安定であることを示している。Fig. 4

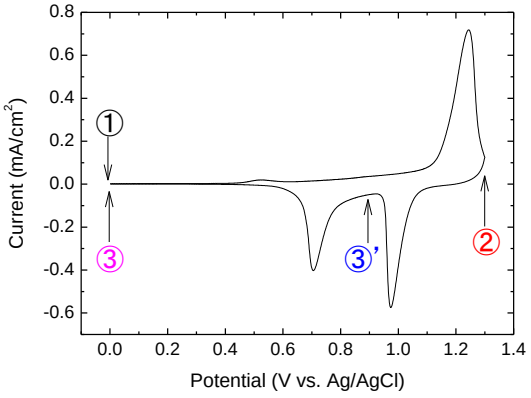


Fig. 2　Cyclic voltammogram of an α–CuPc film prepared by the micellar disruption method. Film thickness: 0.55 μm.

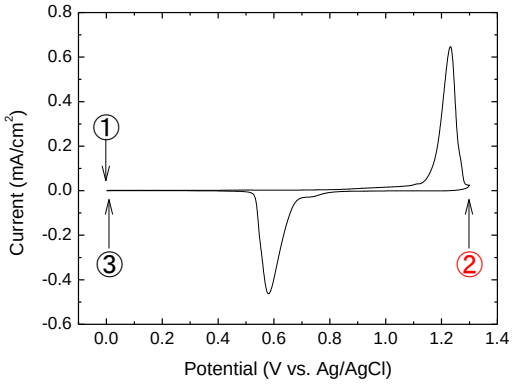


Fig. 3　Cyclic voltammogram of a β–CuPc film prepared by the micellar disruption method. Film thickness: 0.32 μm.

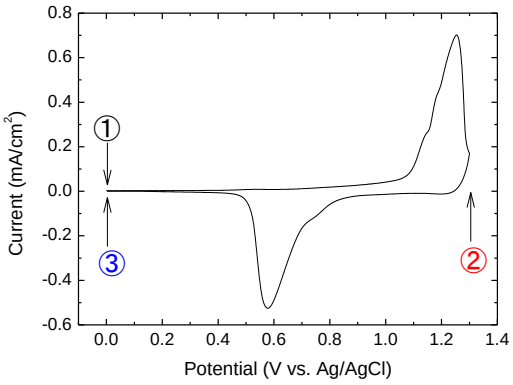


Fig. 4　Cyclic voltammogram of a ε–CuPc film prepared by the micellar disruption method. Film thickness: 0.24 um.

に、0.24 μm 厚のミセル電解ε-CuPc 膜のサイクリックボルタンモグラムを示す。β-CuPc 薄膜と同様に、アノード方向の電位掃引において、1.2 V 近傍で酸化波、カソード掃引において 0.6 V 近傍で還元波が観察されたが、カソード方向掃引において、1 V 近傍では還元波が観察されなかった。

４．２　X 線回析測定

次に、前節における酸化還元反応が結晶形に及ぼす影響を探る目的で、CuPc 膜の薄膜 XRD 測定を行った。具体的には、Figs. 2~4 に示されるサイクリックボルタンモグラムにおいて、①、②、③'および③の位置で電位を固定し、60 秒間印加した後に開回路状態にして各酸化還元状態の膜を作成し、XRD 測定を行った。Fig. 5 に、α (a), β (b),および ε-CuPc (c) 膜の XRD パターンを示す。

α-CuPc 膜の場合、最初①では α 形であるが、②で構造が不明の酸化状態（支持電解質アニオンである ClO_4^- がドーピングされた状態）、③'でその不明の構造を少し残して α 形に戻り、そして③で完全に α 形に転移した。つまり Fig. 2 の1 V 近傍で見られた還元電流は、酸化体の不明の結晶構造の大部分が α 形に戻る電流であり、色変化を伴わないことからおそらくは結晶の再配列に伴う物理的な変位電流であると思われる。なお、エネルギー分散型 X 線分析による膜の元素分析の結果、②と③'の状態での ClO_4^- のドープ率が同じであったことからも上述の解釈は支持される。そして、その後の 0.7 V の電流は残った不明構造が α 形に戻る電流であることがわかった。

次に β-CuPc 膜の場合、初めの①では β 型、酸化状態②ではやはり不明の構造となり、還元状態③では α 型と β 型が混在し、結局は一部が α 形に転移することがわかった。β 型は極めて安定な結晶形であり、濃硫酸で処理するしか α 形に転移しなかったが、酸化還元で転移することが判明した。

ε-CuPc 膜においては、電圧印加前①においても α 型と ε 型の混在が確認され（原料粉末の XRD 測定結果においても α 型と ε 型の混在を確認した）、酸化状態②ではやはり不明の構造へと転移した。そして、還元状態③で α 型と β 型の混合になり、酸化還元に対して ε 型は準安定形であり、容易に結晶転移が生じることがわかった。

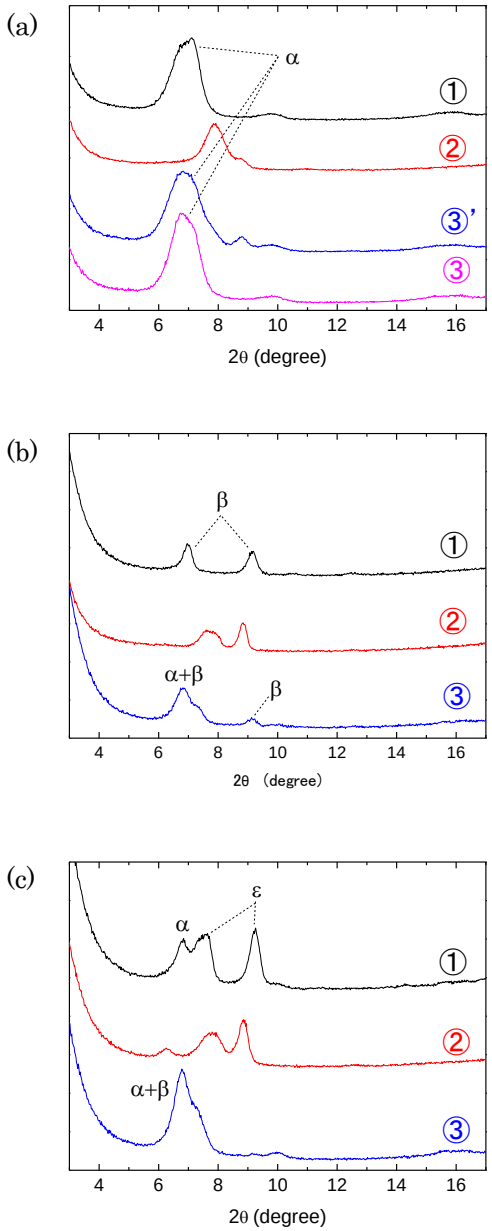


Fig. 5 X-ray diffraction patterns of CuPc films prepared by the micellar disruption method: a, α–CuPc; b, β-CuPc; c, ε-CuPc.

５．まとめ

エレクトロクロミック材料として結晶型の異なる銅フタロシアニン（α, βおよびε型）を用い、ミセル電解法によって ITO 基板上に各結晶系の銅フタロシアニン薄膜を形成した。サイクリックボルタンメトリーの結果、β 型および ε 型銅フタロシアニン薄膜は、単純な 1 段の酸化還元波を示したが、α 型は還元過程で2段階の還元波を示した。そのうちの高電位における還元波は、色変化を伴わないことから、物理的な電流に帰属されることが示唆された。そこでこのことを確認するとともに、各結晶形の銅フタロシアニン膜が酸化還元によりどのような結晶転移を生じるのかを知る目的で、種々の酸化還元状態の膜を形成し、薄膜 X 線回折測定を行った。その結果、α 型銅フタロシアニン膜は、酸化により不明の結晶形に転移するが、第一段還元で化学的な酸化状態を維持したままで大部分が α 型に転移し、第二段還元で化学還元を伴い完全に α 型に戻ることがわかった。

β 型銅フタロシアニン膜は、やはり酸化状態の結晶形の同定は困難であったが、還元によって一部が α 型に転移することがわかった。そして、ε 型銅フタロシアニン膜の場合も、やはり酸化状態の結晶形の同定は困難であったが、還元によって α 型と β 型の混合になることがわかった。

６． 参考文献

1) E.g., N. Toshima, T. Tominaga, S. Kawamura, *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **69**, 245-253 (1996).
2) K. Hoshino and T. Saji, *J. Am. Chem. Soc.*, **109**, 5881 (1987).
3) T. Saji, *Chem. Lett.*, **1988**, 693.
4) T. Saji, K. Hoshino, Y. Ishii, and M. Goto, *J. Am. Chem. Soc.*, **113**, 450 (1991).
5) N. Ishida, T. Shibuya, T. Kitamura, K. Hoshino, *Langmuir*, **19**, 2458-2465 (2003).
6) K. Hoshino, Y. Hirasawa, S.-K. Kim, T. Saji, J.-i. Katano, *J. Phys. Chem. B*, **110**, 23321 (2006).
7) 星野勝義,『有機エレクトロニクスの展開』（分担）, 光応用技術・材料総覧編, 情報機構, pp. 244-255 (2007).

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション

[PS] インタラクティブセッション ポスター発表
Interactive Session. Poster Presentation

2018年6月21日(木) 13:00 〜 16:00 レセプションホール (けやき会館 三階)

[INP-15i] PVAゲルを用いた新規インクジェット射出速度の制御手法
Jet Velocity Control Method Using PVA Gel for a New Ink-jet Generator

*前嶋 麻緒[1]、大貫 甫[1]、栗原 千尋[1]、木山 景仁[1]、田川 義之[1] （1. 国立大学法人　東京農工大学）
*Mao Maeshima[1], Hajime Onuki[1], Chihiro Kurihara[1], Akihito Kiyama[1], Yoshiyuki Tagawa[1] （1. Tokyo University of Agriculture and Technology）

近年我々は新たなインクジェット射出手法を提案した．新手法の特徴は打撃を駆動力とする点である．既存手法より簡単・安価に200m/s弱の高速射出，水の1万倍の高粘度液体の射出に成功している．本手法は強い打撃を与えると液中に気泡が発生する場合がある．発生した気泡の体積に応じて射出速度が最大2倍大きくなる．気泡は制御困難な要因により発生するため速度制御の妨げとなる．気泡発生を制御できればこの増速効果を利用して高速ジェットを安定して生成できる．そこで我々は気泡を内包したゲルを液中に設置する手法を考案した．ゲルの量で気泡体積を調節する．ゲルの設置により液中の気泡発生の制御，気泡発生と同様の増速効果を得た．

Recently we suggested a new ink-jet injection method. Feature of our method is to use impulsive force. We can generate a high-speed jet (200 m/s) and a highly-viscous jet (10,000 cSt) easily at a low price. In this method, bubbles are generated in the liquid when a strong impulsive force is given. It is difficult to control the bubble inception that causes variations in jet. To control the bubble inception, we came up with a method to introduce PVA gel including bubbles into the liquid. We successfully suppress bubble generation and control the bubble acceleration effect on the jet velocity.

PVA ゲルを用いた新規インクジェット射出速度の制御手法

前嶋　麻緒*，大貫　甫**，栗原　千尋**，木山　景仁**，田川　義之**

*東京農工大学　大学院工学府　　産業技術専攻
**東京農工大学　大学院工学府　　機械システム工学専攻

Jet velocity control method using PVA gel for a new ink-jet generator

Mao Maeshima*, Hajime Onuki**, Chihiro Kurihara**, Akihito Kiyama** and Yoshiyuki Tagawa**
* Department of Management of Technology, Tokyo University of Agriculture and Technology
** Department of Mechanical Systems Engineering, Tokyo University of Agriculture and Technology

Recently we suggested a new ink-jet injection method. Feature of our method is to use impulsive force. We can generate a high-speed jet (200 m/s) and a highly-viscous jet (10,000 cSt) easily at a low price. In this method, bubbles are generated in the liquid when a strong impulsive force is given. It is difficult to control the bubble inception that causes jet behavior. To control the bubble inception, we came up with a method to introduce PVA gel including bubbles into the liquid. We successfully suppress bubble generation and control the bubble acceleration effect on the jet velocity.

１．緒言

3D プリンタや金属配線，布や車体への印刷など，産業用インクジェットプリンタの需要は依然大きい．紙媒体への印刷と比較して，上記の例に使用されるインクは粘度が高い．

そこで大貫ら[1]は，新しいインクジェット射出手法を提案した．本手法は，打撃によるインクジェット射出手法[2]に着目した手法である．容器の容積変化によりインクを押し出す従来の手法（ピエゾ式など）と比較して，粘性の影響を受けにくいことが特長である．本手法は最大で 10,000 cSt（ハチミツ程度の粘度）の液体を簡単・安価に射出できる．それゆえ本手法は産業用プリンタへの実用化が期待されている．

本手法の実用化に向けての課題として，強い撃力を与えた場合，キャビテーション現象（３節にて解説）により射出速度がばらつく場合があることが挙げられる．キャビテーションとは，液中の圧力が蒸気圧以下になったときに液体が気化し，気泡が発生する現象である．キャビテーションが発生しない場合，ジェットの射出速度は液体の初速度 U_0 と比例する．しかし，気泡が発生した場合は，しない場合と比較してジェットの射出速度 V_j は最大２倍に増加し，その増速率（V_j/U_0）は気泡の最大体積によって決まる[3]．この増速効果を利用すれば液体に対して大きな速度を与えられると考えられる．しかし，与える撃力が同じであってもキャビテーション気泡の体積は常には一定にならない[3]．この原因は，液中の気泡核の数や大きさ，液中の溶存ガス濃度の揺らぎなど制御困難な因子が複数存在するためと考えられる．その不安定性から，キャビテーション現象による増速効果は工学的に利用されていなかった．

そこで，我々は，液中に気泡を封入した PVA ゲル（Poly-vinyl alcohol gel）を設置する手法を考案した．その結果，キャビテーション気泡によるジェットの加速を模擬することに成功した．また，液中での気泡発生が抑制されていることを確認できた．さらに，ゲル中の圧力波伝播挙動を偏光カメラによって観察し，圧力波の伝播速度を見積もることで，PVA ゲル設置時の増速の原因は気泡による圧力波伝播の減衰と遅延であると考察した．

２．打撃によるインクジェット射出手法

まず，打撃を用いた手法[2]を紹介する．液体を入れた試験管の底部に撃力を与えると，液中に圧力波が発生する．その圧力波が液中を伝播し，気液界面にて流れの集束効果によりジェットを生成する．ジェットが射出される速度 V_j は，界面の速度 U_m に比例する．界面の速度 U_m は液体の初速度 U_0 に比例し，液体の初速度 U_0 は撃力の大きさに比例する．つまり，ジェットの射出速度 V_j は与えられる撃力に比例する．

強い打撃を与えた場合，液中にキャビテーション気泡が発生することがある．キャビテーションとは，液中の圧力が蒸気圧以下になったとき気泡が発生する現象である．気泡が発生すると，その気泡体積に応じて液体ジェットの射出速度 V_j は最大 2 倍増速する．この増速のメカニズム[3]を以下に記述する．

まず，キャビテーションが発生しない場合の圧力波の伝播を図１(a)に示す．液体を充填した試験管に撃力を加え，液体が初速度 U_0 を得たとする．まず，打撃付与後，液中を圧縮波が伝播する．圧縮波は界

＊〒184-8588 東京都小金井市中町 2−24−16
＊2-24-16 Nakacho, Koganeisi, Tokyo, 184-0012, Japan
e-mail:　maeshima@st.go.tuat.ac.jp

面を加速させる効果のある圧力波である．界面に圧縮波が到達すると，圧縮波は液面を押し上げる．これにより，界面は速度 U_m=2U_0 まで増加される．圧縮波は界面で自由端反射して位相が反転し，膨張波となって液中を伝播する．膨張波は容器底部で固定端反射して界面に戻る．膨張波には界面を減速させる効果がある．界面に到達した膨張波は自由端反射により再び圧縮波となって容器底部へ伝播していく．これが圧力波伝播の 1 サイクルである．このように，圧縮波と膨張波が交互に界面速度 U_m を変え，平均すると U_m=U_0 となる．

一方，キャビテーションが発生した場合の圧力波の伝播を図 1 (b)に示す．はじめに圧縮波が界面を増速させた後，界面から膨張波が容器底部へ戻っていく．撃力が大きい場合，膨張波により減圧された液中の圧力が蒸気圧以下になる．すると，キャビテーション気泡が発生する．この気泡が圧力波の伝播を妨げるため，容器底部で反射した膨張波は界面に届かず，界面は減速されない．したがって界面速度は U_m=2U_0 を保つ．射出速度は界面速度 U_m に比例するため，キャビテーションが発生した場合はジェットの射出速度が増速される．

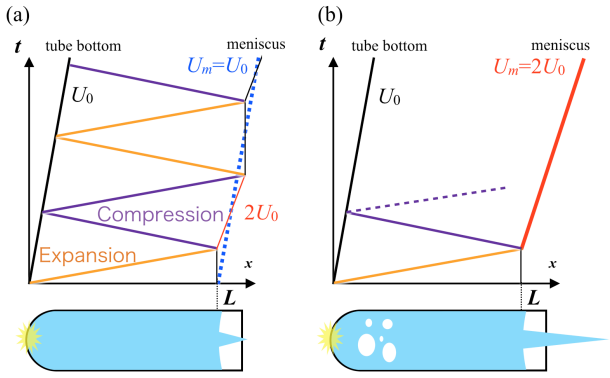


Fig.1 x-t diagrams. (a) is without cavitation and (b) is with cavitation.

3．PVA ゲルを用いた射出速度制御手法

キャビテーションは液中の微小なごみや気泡，溶存ガス濃度のゆらぎなど，制御が困難な要因で発生し，ジェットの射出速度 V_j に影響を与える．打撃による液体ジェット射出技術を実用化するためには，入力（打撃の強さ）と出力（ジェットの射出速度）の関係は一意に決まることが望ましい．

そこで，気泡を封入した PVA ゲルを液中に設置する制御手法を考案した．設置する PVA ゲルの量を変えることにより，気泡体積を制御する．

3．1　PVA ゲル

PVA ゲルは，四ホウ酸ナトリウムと Poly-Vinyl Alcohol を反応させることで生成される粘弾性体である．音響インピーダンスは水:1.5×10^6 kg/m^{2}s，PVA ゲル:1.6×10^6 kg/m^{2}s であり， PVA ゲル中は液中と同様に圧力波が伝播していると考えられる．また，PVA ゲルは内部に気泡を包み込んだ状態で保持できるため，キャビテーション気泡発生時の液中の状態を模擬できると考えた．

3．2　実験概要

図 2 に実験装置の概略図を示す． PVA ゲルの充填高さ l_{gel}=0-50 mm とし，10 cSt のシリコーンオイル(信越シリコーン，KF-96-10cs)を全体の高さが 60 mm となるように試験管(N-16, マルエム，外径 16.5 mm)に充填した．その試験管を高さ 100 mm の位置から SS400 の板材の上に自由落下させることで打撃を与える．生成したジェットを高速度カメラ（FASTCAM SA-X，Photron co.，撮影速度 90,000 fps）で撮影した．撮影した画像から，ジェットの射出速度 V_j と液中の様子を観測した．ここで，ジェットの射出速度 V_j は，試験管が床材と衝突した直後を t=0 とし，t=6 ms における気液界面からジェット先端までの変位から算出した．

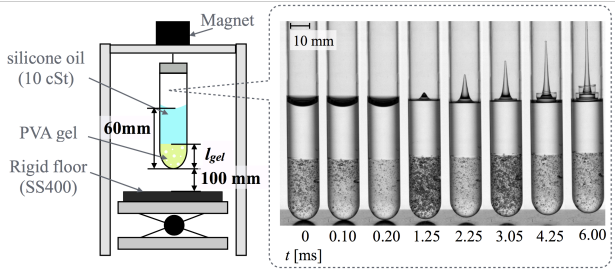


Fig.2 Snapshots of PVA gel in a test tube.

4．結果と考察

PVA ゲルを混入した場合のジェット速度について計測した結果を示す．図 3 は，横軸に試験管内全域（PVA ゲル相とシリコーンオイル相）での気泡の最大体積 Ω，縦軸に増速率（V_j/U_0）を示す．まず，図 3 中の赤いひし形のプロットで表示される l_{gel}=0 mm は液体のみを充填して行った先行研究[(3)]の結果である．キャビテーション気泡が発生するとジェットの増速率（V_j/U_0）が大きくなる傾向がある．さらに本実験結果を図 3 に示す．キャビテーション気泡が発生した場合と同様に，PVA ゲルを設置した場合も増速することが分かった．

この原因を考察するために，液中の圧力波の伝播挙動に注目した．まず，高速度カメラで撮影した画像から，液中・PVA ゲル中に領域を分けて気泡の最大体積 Ω_L，Ω_G を算出すると，PVA ゲル設置時は液中の気泡発生が抑制される（図 4）．これにより，PVA ゲル設置時であっても，液中では図 1(a)に示すような圧力波伝播が起こっていた可能性がある．

次に，圧力波の伝播速度に注目する．PVA ゲル中の圧力波の伝播速度は，封入されている気泡の運動によって観察することができる．しかし，シリコーンオイル中の伝播は目視での観察が困難であるため，

高速度偏光カメラ(CRYSTA PI-1P, Photron, 150,000 fps)を用いて観察した.

高速度偏光カメラの画像から伝播速度を算出した. 試験管が板材と衝突した時刻を t=0 ms とした時刻歴を図 5 に示す. カラーバーは位相差を表しており, 位相差が大きいほど, 強い応力がかかっていることを示す. t=0.07 ms の変動は試験管への打撃付与の影響であり, 液中・PVA ゲル中を圧力波が伝播したのではない. 液中の伝播速度は約 1,000 m/s であり, データシートと一致する[4]. 一方, PVA ゲル中の音速が 1,300 m/s であったが, 気泡を封入した PVA ゲル中の音速は, 約 100 m/s であった. この音速の低下は, ゲル内に気泡が多く含まれていることに起因する[5]と考えられる. 今回, PVA ゲル中のボイド率はゲル高さ l_{gel} によらず一定であると仮定する. それゆえ, 気泡を含んだ PVA ゲル中の音速は常に 100 m/s であるとする. また, PVA ゲル設置時の液中においては波の伝播が確認できなかった. これは, 撮影している位置が気液界面付近であるため, 撮影範囲内で伝播している圧力波が微小だったためと考察する.

液中・PVA ゲル中の圧力波伝播速度に約 10 倍の差があることから, PVA ゲルを設置したときの射出速度 V_j が大きくなる理由として, 圧力波の伝播速度が遅いため, 膨張波が気液界面に到達する前にジェットの生成が完了し, 減速効果が作用しないという仮説が立てられる.

ジェットの生成にかかる時間は容器の半径とジェットの射出速度 V_j によって決まり, 本実験 (図 5 右) においては約 0.9 ms である. ジェットの生成に膨張波が影響を与えるには, 気液界面に圧縮波が達した後, 膨張波が液中・ゲル中を 1 往復して気液界面に達するまでの時間 (式(1)左辺) が, ジェットの生成が完了するまでの時間 (式(1)右辺) よりも短い必要がある.

$$2\left[\frac{l_{gel}}{100}+\frac{60-l_{gel}}{1000}\right]\leq 0.9 \qquad (1)$$

式(1)より, l_{gel} ＜42 mm である必要がある. したがって, 図 3 の l_{gel} ＞40 mm において気泡の最大体積 Ω とジェットの増速率 (V_j/U_0) との間に相関関係が見られない理由は, この遅延効果によるものであると考えられる.

この遅延効果を図 6 のように x-t 線図を用いて整理した. 打撃付与直後, PVA ゲル中の気泡は容器底部から順に圧縮される. ゲル中の気泡が全て圧縮された後, 液中で図 1(a)と同様に圧縮波が伝播する. 圧縮波が気液界面で反射することに伴い, 界面速度 U_m=2U_0 となる. 界面で反射した膨張波が気泡を封入した PVA ゲル中を伝播する速度は液中のそれと比べて十分遅い. そのため, 膨張波が気液界面に再び達するのはジェットの生成が完了した後となる. それ以降の波はジェットの射出速度に影響を与えない. PVA ゲルを l_{gel}＞40 mm で設置した場合は, 増速効果のみを受けてジェットの射出速度は増速されると考えられる.

一方, l_{gel} ≦40 mm においても, 同様の増速効果が確認された. これは, 伝播した波が気泡を通過する際に減衰したことによって増速効果が弱まった可能性がある. これは, 今後の検討課題である.

5. 結言

打撃による急加速を利用した新規インクジェット射出手法の提案をした. 本手法は, 制御困難な要因によりキャビテーション気泡が発生し, 発生した気泡の体積 Ω によって射出速度 V_j が増速することが報告されていた. そこで, 本研究は液中に気泡を内包した PVA ゲルを混入することで気泡の増速効果を模擬することに成功した. さらに, 液中・ゲル中の様子を観察することで, 気泡の存在には圧力波を減衰させる効果 (キャビテーションと同様の効果) だけではなく, 同時に遅延させる効果もある可能性を示唆した.

参考文献

1) Onuki. H, and Tagawa. Y., "A highly-viscous liquid jet Generator", Japanese Journal of Multiphase Flow, **29**, 4, pp.335-342 (2015) [in Japanese]

2) Antkowiak, A., Bremond, N., Le Dizès, S., and Villermaux, E., "Short-term dynamics of a density interface following an impact", Journal of Fluid Mechanics, **577,** pp.241-250 (2007)

3) Kiyama. A, Tagawa. Y, Ando. K, and Kameda. M, "Effects of a water hammer and cavitation on jet formation in a test tube", Journal of Fluid Mechanics, **787,** pp.224-236, (2016)

4) Shin-Etsu Silicone, "Performance Test Results", https://www.silicone.jp/catalog/pdf/kf96_j.pdf , (2018.4.6)

5) Ando, K., Sanada, T., Inaba, K., Damazo, J. S., Shepherd, J. E., Colonius, T., & Brennen, C. E., "Shock propagation through a bubbly liquid in a deformable tube", Journal of Fluid Mechanics, **671**, pp.339-363 (2011)

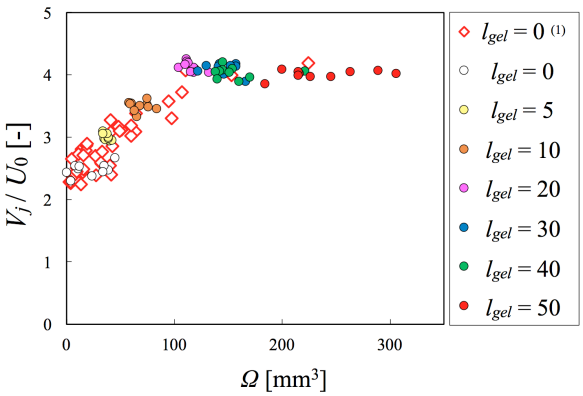


Fig.3 The maximum volume of the bubbles Ω vs. Speed increasing rate V_j / U_0 .

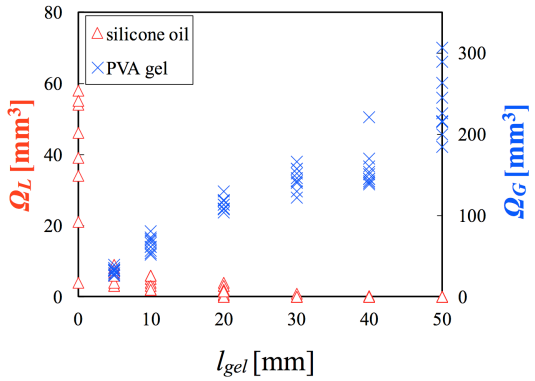


Fig.4 The height of PVA gel l_{gel} vs.
the maximum volumes of the cavitation in silicone oil
Ω_L and in PVA gel Ω_G.

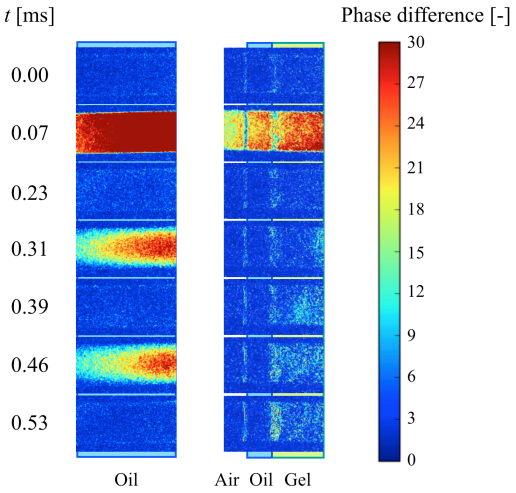


Fig.5 Snapshots of wave propagation taken by polarized camera. Color contour represents the phase difference.

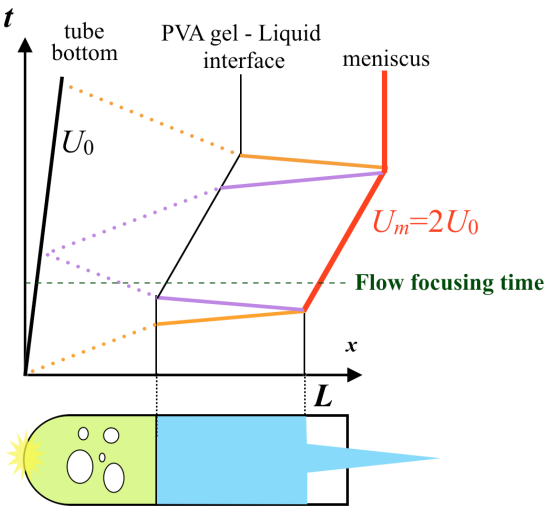


Fig.6 x-t diagrams with PVA gel and bubbles.

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション
[PS] インタラクティブセッション ポスター発表
Interactive Session. Poster Presentation
2018年6月21日(木) 13:00 〜 16:00 レセプションホール (けやき会館 三階)

[INP-16i] 回転スクリーンを用いた体積型立体表示 -3D像の視認性向上- Volumetric 3D Display System using Rotating Screen -Improvement of Visibility of 3D Image-

*武藤 建[1]、面谷 信[1]、藤川 知栄美[1] （1. 東海大学）
*Ken Muto[1], Makoto Omodani[1], Chiemi Fujikawa[1] （1. Tokai University）

近年,実用に供されている3次元表示装置の大半は両眼視差方式であり,立体像の側面等を回り込んでみることができない．対して,3次元に交点を配置する体積型立体表示方式は裸眼で全方位からの立体像観察が可能である．本研究では,体積型立体表示の実現方式として回転スクリーン方式を検討している．従来,立体像の見やすいスクリーンは,一方でスクリーン残像が空間に強い白濁り感をもたらす傾向がある．本報告では,投影立体像の全方位からの見やすさとスクリーン残像の白濁の少なさを両立するスクリーンを目指し,各スクリーンの評価を行った.

Popular three-dimensional displays which use binocular parallax can bring us three-dimensional image appearance that was observed usually from only a single view point. We have focused on volumetric 3D displays that can produce more realistic three-dimensional images with universal view point. We have suggested a novel method of volumetric 3D display, in which multi layers of section images are projected on a rotating spiral screen. In this study, we evaluated 3D image appearance when using various screens which has various optical properties.

回転スクリーンを用いた体積型立体表示
-3D 像の視認性向上-

武藤　建，面谷　信，藤川　知栄美

東海大学　大学院工学研究科　電気電子工学専攻

Volumetric 3D Display System using Rotating Screen
-Improvement of Visibility of 3D Image -

Ken Muto, Makoto Omodani, Chiemi Fujikawa

Course of Electrical and Electronic Engineering, Graduate School of Engineering, Tokai University

Popular three-dimensional displays which use binocular parallax can bring us three-dimensional image appearance that was observed usually from only a single view point. We have focused on volumetric 3D displays that can produce more realistic three-dimensional images with universal view point. We have suggested a novel method of volumetric 3D display, in which multi layers of section images are projected on a rotating spiral screen. In this study, we evaluated 3D image appearance when using various screens which has various optical properties.

１．背景

近年,3 次元表示技術は,様々な分野で注目されている．しかし,実用に供されている 3D 表示装置の大半は両眼視差方式であり,立体像の側面等を回り込んで見ることができない．これに対して,3 次元に光点を配置する体積型立体表示方式は裸眼で全方位からの立体像観察が可能である．本研究では,体積型立体表示の比較的簡易な実現方法として渦巻状の回転スクリーンに複数の断面像を照射する方式を検討している [1), 2)]．従来,立体像の見やすいスクリーンは,一方でスクリーン残像が空間に強い白濁感をもたらす傾向があった．本報告では,投影立体像の全方位からの見やすさとスクリーン残像の白濁の少なさを両立するスクリーンを目指し,様々な透過および散乱特性を持つスクリーン素材の比較評価を行った.

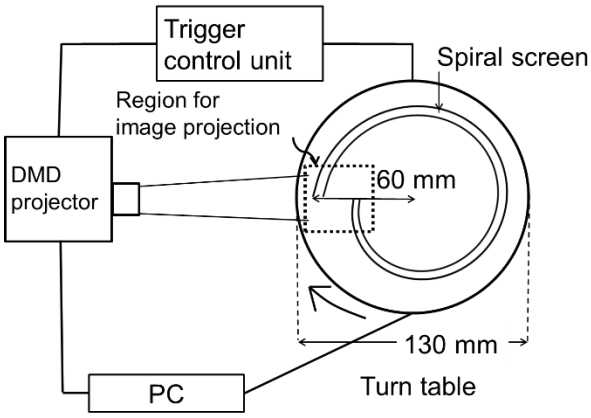


Fig. 1 Arrangement of the proposed 3D system

２．表示原理

Fig.1 に示すように,回転テーブル上に渦巻スクリーン [3)]（Fig. 2）を配置する．これを高速回転させ,プロジェクターからスクリーンに対し,その奥行位置に相当する断面像を Fig.3 のように順次照射する.高速回転による残像効果により,Fig.1 中に点線で示す空間領域に Fig.3 に示すような立体像を形成する．投影には高速応答の DMD（Digital Micro mirror Device）プロジェクターを用いることにより，2000 rpm で高速回転させるスクリーンに対する照射光の同期を可能としている.

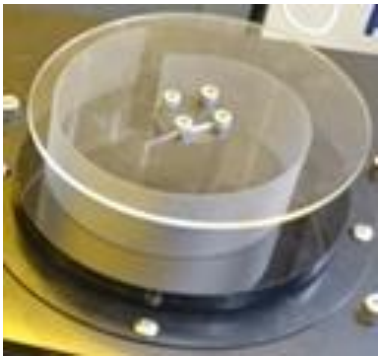


Fig. 2 Spiral screen

〒259-1292 神奈川県平塚市北金目 4-1-1
4-1-1 Kitakaname, Hiratsuka, Kanagawa, 259-1292, Japan
E-mail: 8beim049@mail.u-tokai.ac.jp

３．実験方法

本研究では,プロジェクタスクリーン用として入手可能な９種類のスクリーン素材(Fig.6, Table 2)を用いた際の投影性能の比較を行った．投影に用いたDMDプロジェクターにはR, G, Bの３個のLEDが搭載されているが,本実験では,そのうちの緑色 LEDのみを使用した．スクリーン全面にプロジェクター光を照射した時の,スクリーン面での最大照度は1130 lx(プロジェクターに最も遠い位置) ～1250 lx(プロジェクターに最も近い位置)である．実験条件をTable 1に示す．プロジェクター投影方向を0 deg.とした観察角度0～180 deg. の間で45 deg.毎(Fig.4)に立体像の評価(像が「とてもくっきり見える:5」)から「全く見えない:1」までの５段階回答を被験者(10人)に求めた．さらに,スクリーンの白濁感の評価(白濁感が「全く気にならない:5」から「とても気になる:1」まで)の５段階回答を求めた(Table 3).

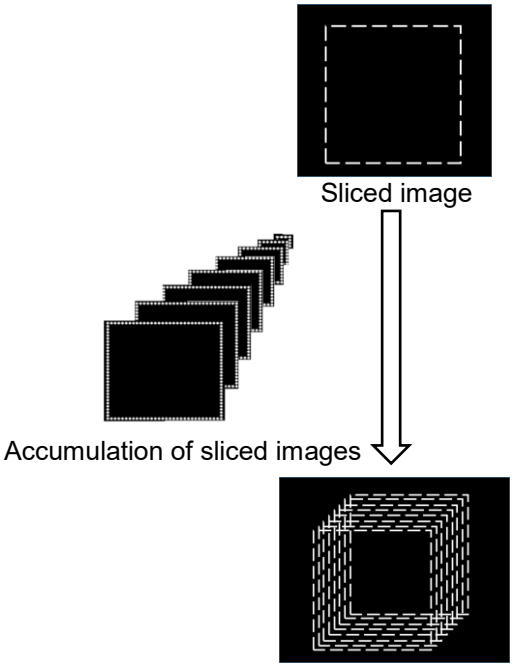


Fig. 3 Principle of volumetric 3D image formation

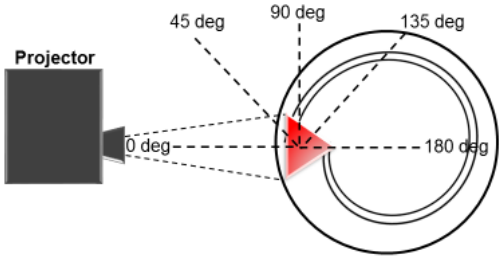


Fig. 4 Description of horizontal viewing angle

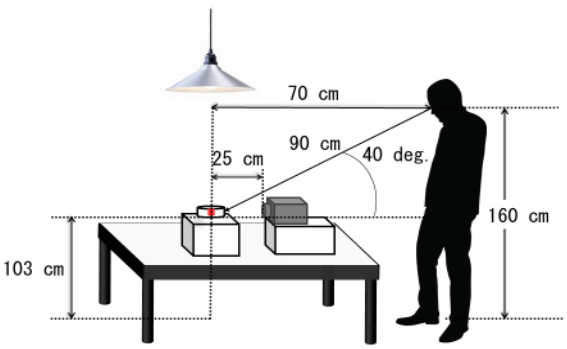


Fig. 5 Vertical viewing conditions

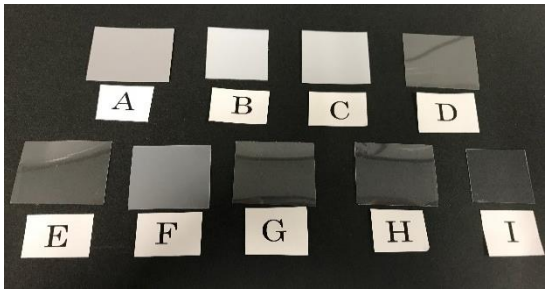


Fig. 6 Appearance of screens

Table 1 Experimental conditions

Room illuminance	0 [lx]
Illuminance on screen by the projected light	1130~1250 [lx]
Rotations speed	2000 [rpm]
Number of sliced images	64
Viewing angles	0~180 [deg.]
Subjects	10 [persons]

Table 2 Screens for evaluation

Screen	Tt: Total light transmittance (%)	Td: Diffuse transmittance (%)	Td/Tt: Diffusion ratio(%)
A	32.1	31.8	99.8
B	42.6	42.5	99.7
C	54.1	53.9	99.6
D	76.8	10.5	13.7
E	82.9	30.1	36.4
F	84.0	81.6	97.1
G	84.5	5.1	6.1
H	87.1	5.4	6.2
I	87.6	1.7	2.0

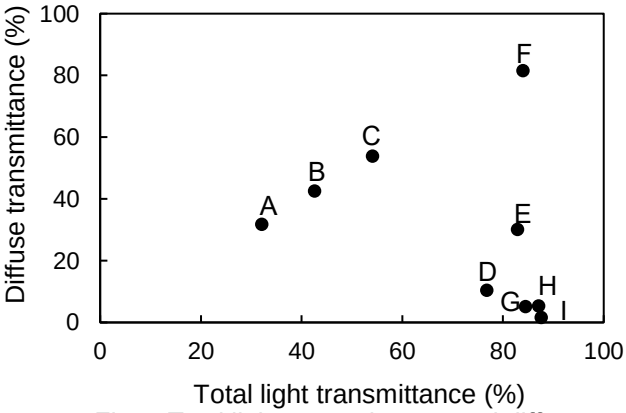


Fig. 7 Total light transmittance and diffuse transmittance of each screen

4．実験結果・考察

各スクリーンの全光線透過率(Tt)，拡散透過率(Td)の分布状況を Fig.7 に示す． 水平観察角度45°，垂直観察角度40°から確認した各スクリーンについて立体像の投影結果を Fig.8 に示す． 立体像の視認性とスクリーン残像の白濁感評価の観察角度依存性について各々Fig.9，Fig.10 に示す． 像視認性の主観評価の最大値と最小値の比率(Min/Max of Visibility)と全光線透過率および拡散比との関係を Fig.11，Fig.12 に示す． また，像視認性および白濁感の全観察角度平均について，全光線透過率(Tt)との関係を各々Fig.13，Fig.14 に，拡散比(Td/Tt)との関係を各々Fig.15，Fig.16 に示す．

Fig.11 より全光線透過率が高い程，像視認性の Min/Max 比は低下した． また，Fig.12 より拡散比が0%に近いとき像視認性の Min/Max 比は急低下が見られた．

Fig.13 より視認性は全光線透過率 80%以上で急激に低下が見られた． Fig.14 より全光線透過率が上がると白濁感の評価が向上した．Fig.15 より像の視認性は（用いたスクリーン素材の範囲内では）拡散比依存性はほぼ見られなかった．Fig.16 より拡散比が高いほど白濁感の評価は低下した．

Table 4 に各スクリーンの評価結果のまとめを示す． 像視認性(A)と白濁感(B)の総合評価(A+B)で評価すると，今回用いた素材中ではスクリーン G が最も高評価となった． ただし像の見えやすさの角度依存性の順位は前記総合評価順とは異なるので，別途考慮が必要である．

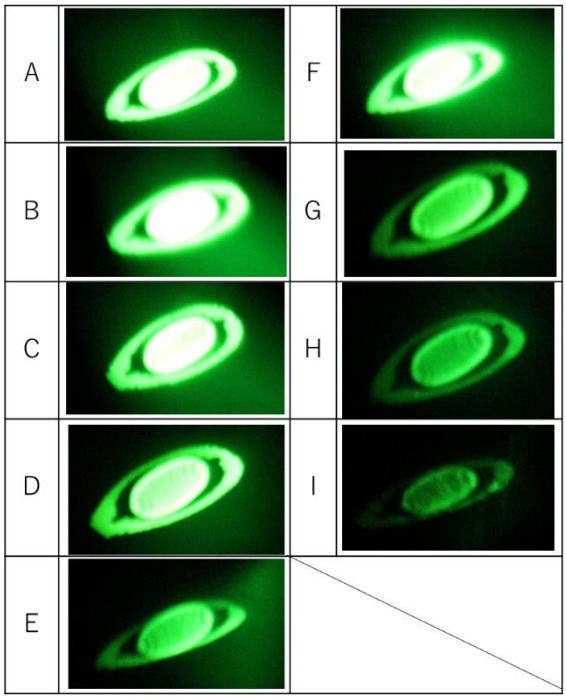


Fig. 8 3D Image appearance (Horizontal/Vertical viewing angle: 45 deg. /40 deg., Room Illuminance: 0 lx)

Table 3 Subjective evaluation of 3D image visibility and cloudiness

Score	image visibility	Cloudiness
5	Clearly visible	No annoyance
4	Visible	Almost no annoyance
3	Middle	Middle
2	Rather invisible	Rather annoying
1	Invisible	Annoying

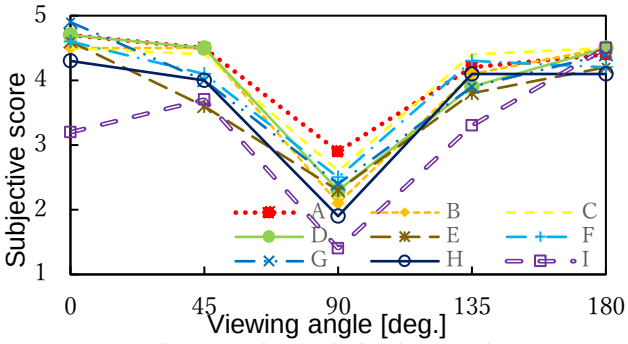


Fig. 9 Horizontal viewing angle dependance of 3D image visibility

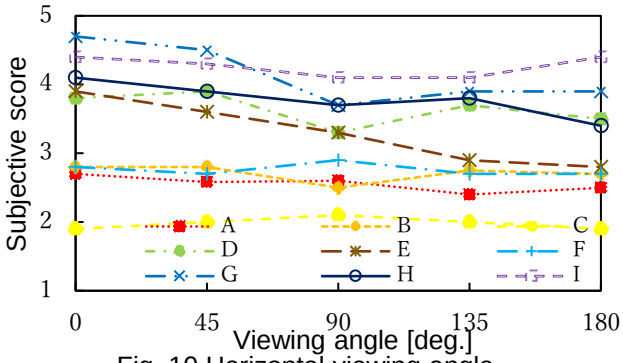


Fig. 10 Horizontal viewing angle dependance of cloudiness

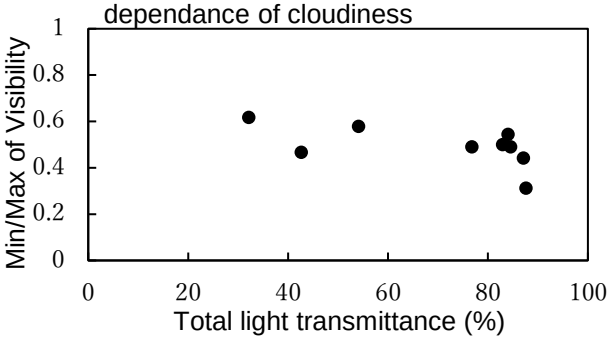


Fig. 11 Total light transmittance dependance of image visibility ratio

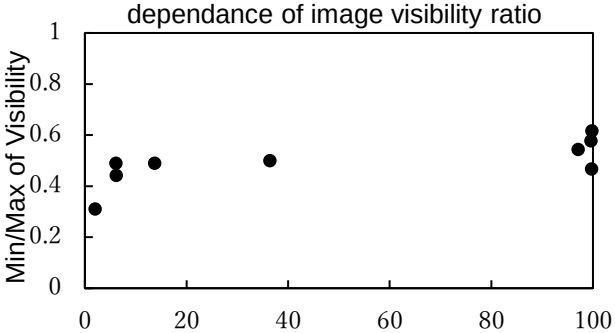


Fig. 12 Diffusion ratio dependance of image visibility ratio

５．まとめ

今回用いた 9 種類のスクリーン素材について本観察条件の範囲内で下記の結果を得た.

1. 全光線透過率 Tt は高くなるほど像の見やすさは低下し, またスクリーン残像の白濁感は目立たなくなった.
2. 光線拡散比(Td/Tt)の高低により像の見やすさは変化しなかったが, 高くなるほど白濁感の評価は低くなった.
3. 各スクリーンを用いた際, 像の視認性について全光線透過率, 拡散比は各々, 高くなるほど依存性が大きくなった.

すなわち, 本実験で用いた条件の範囲では全光線透過率 80%程度, 拡散比 5～20%程度とすれば像視認性, 白濁感とも評価約 4 以上の水準が得られることがわかった.

ただし本報告内容はプロジェクター輝度, 観察時の室内照度, プロジェクターとスクリーンの距離, 垂直方向の観察角度等を固定した場合の結果であり, 加えて材料の範囲が限られている. 今後, より広範な素材について輝度, 照度, 距離, 観察角度等の要因の影響をさらに詳しく調べる必要性がある.

謝辞

研究を進めるに当たり回転スクリーンの製作にご協力下さった（株）ユニオプトの高和 宏行氏, 守本雄氏に深く感謝します.

参考文献

1) S. Suzuki, C. Fujikawa, M. Omodani, “Volumetric 3D Display System using Rotating Screen -Relation between Screen Translucency and 3D Image Visibility-”, Proceeding of The 63th JSAP Spring Meeting, 21a-P1-1 (2016) [in Japanese].
2) S. Suzuki, C. Fujikawa, M. Omodani, “Volumetric 3D Display System using a Rotating Spiral Screen”, Proceeding of The 62th JSAP Spring Meeting, 12p-P1-5 (2015) [in Japanese].
3) S. Suzuki, C. Fujikawa, M. Omodani, “Volumetric 3D Display System -Evaluation of Flicker when using a Rotating Spiral Screen”, Proceedings of 1st ICAI, PB2-02 (2015).

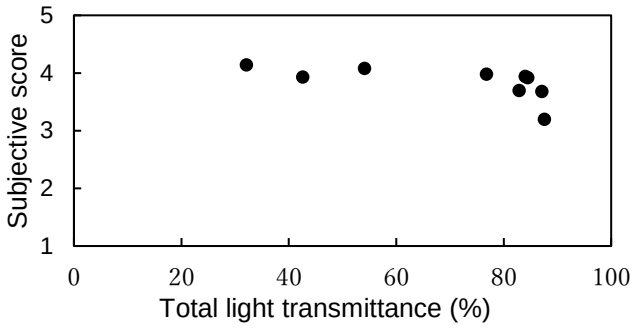


Fig. 13 Total light transmittance dependance of 3D image visibility

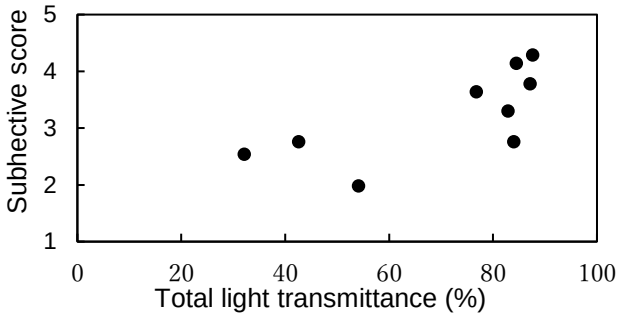


Fig. 14 Total light transmittance dependance of cloudiness

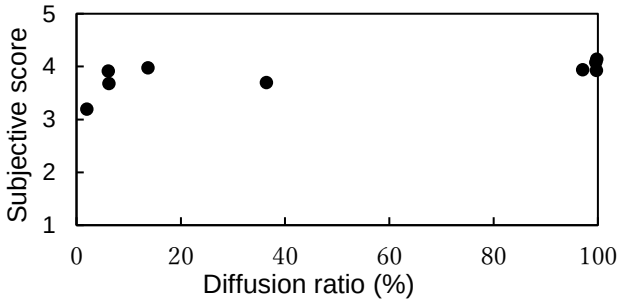


Fig. 15 Diffusion ratio dependance of 3D image visibility

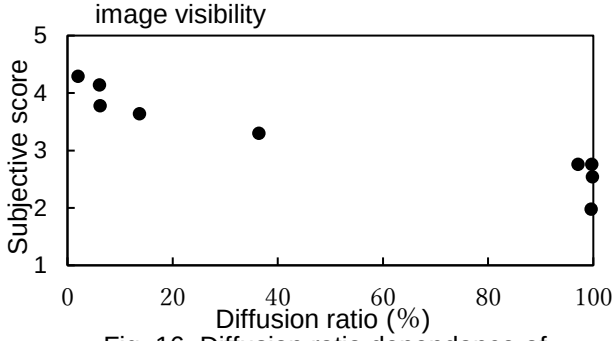


Fig. 16 Diffusion ratio dependance of cloudiness

Table 4 Summary of evaluation for screens

Screen	Image visibility score (A)	Cloudiness score(B)	Total score (A+B)	Min/Max of visibility
A	4.1	2.5	6.6	0.61
B	3.9	2.8	6.7	0.47
C	4.1	2.0	6.1	0.58
D	4.0	3.6	7.6	0.49
E	3.7	3.3	7.0	0.5
F	3.9	2.8	6.7	0.54
G	3.9	4.1	8.0	0.49
H	3.7	3.8	7.5	0.44
I	3.2	4.3	7.5	0.31

1:00 PM - 4:00 PM (Thu. Jun 21, 2018 1:00 PM - 4:00 PM Reception Hall)

[INP-17p] Loss of Folding Endurance of Book Paper by Aged Deterioration of Books and its Causes

*Yukiko Mochizuki[1], Toshiharu Enomae[1] （1. Tsukuba University）

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション

[PS] インタラクティブセッション ポスター発表
Interactive Session. Poster Presentation

2018年6月21日(木) 13:00 〜 16:00 レセプションホール (けやき会館 三階)

[INP-18i] 紙基板上に作製した分散型 ELの電気的な回路構造の評価
Evaluation of Electrical Circuit Structure of Powder Electroluminescent Device on Paper Substrate

*竹田 直樹[1]、佐藤 利文[1] （1. 東京工芸大学）
*Naoki Takeda[1], Toshifumi Satoh[1] （1. Tokyo Polytechnic University）

これまでの研究では、紙基板上に作製した分散型ELに対し高周波数印加時に、電流の増加の過程で2か所の変曲点が確認された。そのため、素子に印加する周波数を変化させた時の入力波形と出力波形の位相差の変化から電気的な回路構造との関係性を調査してきた。
本研究では、紙基板上に作製した分散型ELの電気的な回路構造を低周波数印加時から高周波数印加時のリサージュ図形の歪みと変化の傾向から検討する。

紙基板上に作製した分散型 EL の電気的な回路の評価

竹田　直樹*，佐藤　利文*

*東京工芸大学　大学院工学研究科　メディア工学専攻

Evaluation of Electrical Circuit Structure of Powder Electroluminescent Device on Paper Substrate

Naoki Takeda*, Toshifumi Satoh*

*Department of Media Engineering, Graduate School of Engineering, Tokyo Polytechnic University.

Powder EL(Electroluminescence) device is a flat light emitting device producible only in a printing process, without using semiconductor processes, such as a vacuum and plasma. In the research we have done so far, confirmed inflection point when high frequency is applied. In this research, evaluated of electric circuit structure of powder electroluminescent on paper substrate by lissajous figure, and researched relationship between electric circuit structure and inflection point. As result, the lissajous figure at the time of application of 500 Hz to 15 kHz was divided into three groups. Point to divide into three groups are approximately matched the inflection point.

１．はじめに

分散型 EL(Electroluminescence)は、真空やプラズマ等の半導体プロセスを使用せずに、印刷プロセスだけで作製可能な自発光型の平面発光素子である。印刷はダイレクトパターニングであり、必要な材料を必要な場所に刷るため、半導体プロセスと比較して、設備、材料、時間の全てのコストを軽減できる[1)]。また、コンデンサ成分を持つ分散型 EL では周波数の上昇とともに輝度が高くなることはよく知られており、容量リアクタンスが関係する電流の増加が輝度の上昇と密接な関わりを持っていると考えられている[2)]。

我々がこれまでに行ってきた研究では[1)3)]、受容層を形成した素子は、従来構造の素子と比較して電流が約 1.3 倍、発光輝度は約 1.5 倍の値が得られている。また、高周波数印加時に素子に流れる電流は 2 ヶ所の変曲点を経て増加することが明らかになっている。Fig.1 に周波数 15kHz 印加時、Fig.2 に 1kHz 印加時の I-V(電流-電圧)特性を示す。

本研究では、素子に対して周波数 500Hz～15kHz 印加時の電流や発光輝度の変化、入力電圧と出力電流のリサジュー図形から素子の電気的な回路構造の評価を行い、変曲点との関係性を検討した。また、紙を基板材料として使用し、全ての機能性材料を印刷プロセスでパターニングするため、従来の分散型 EL で発光側の透明電極として使用している ITO(Indium Tin Oxide)に変えて、有機透明電極材料である PEDOT:PSS を発光側の電極として使用した[1)]。

＊〒243-0297 神奈川県厚木市飯山 1583
＊1583 Iiyama, Atsugi, Kanagawa 243-0297, Japan
e-mail: m1866001@st.t-kougei.ac.jp

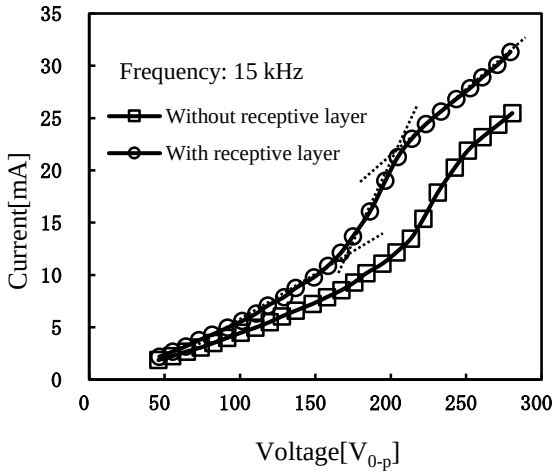


Fig.1 I-V characteristics at 15 kHz for powder EL device on paper substrate

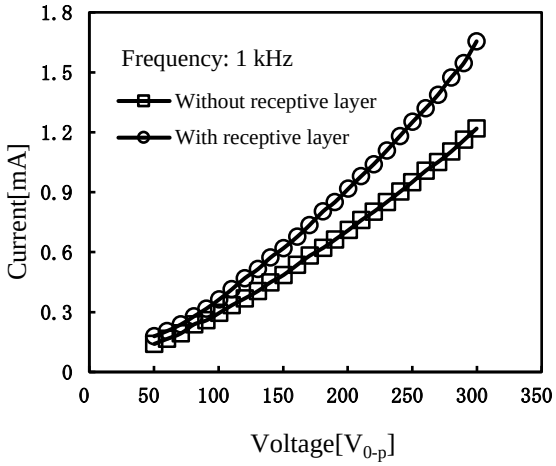


Fig.2 I-V characteristics at 1 kHz for powder EL device on paper substrate

２．素子の構造

本研究では、Fig.3 に示すボトムエミッション型の従来構造素子と、Fig.4 に示すような従来構造素子における基板材料と発光側電極との間に受容層を形成した素子を作製した。受容層は、基板材料である紙の表面の凹凸の平坦化と、電極間距離の均一化を目的として形成した。

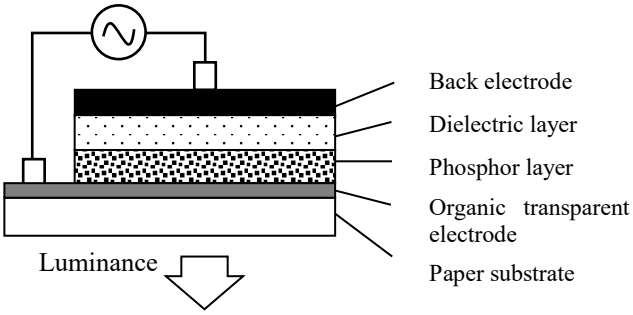


Fig.3 Structure of conventional powder EL device

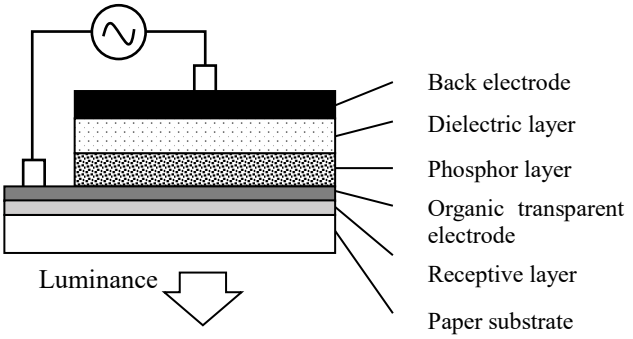


Fig.4 Structure of powder EL device with receptive layer

３．使用した材料と素子の作製

本研究ではトレーシングペーパーを基板として使用した。受容層を使用する場合には、基板の上に受容層を形成し、それ以降は従来素子の構造と同様に透明電極、蛍光体層、誘電体層、背面電極の順に機能性材料をスクリーン印刷法で積層して素子を作製した。

素子を構成する蛍光体層ならびに誘電体層は、高誘電性有機ポリマー中にそれぞれ ZnS 系蛍光体粒子、$BaTiO_3$ 誘電体粒子を分散させたものである。有機ポリマーには、誘電率の高いシアノエチルセルロース系の材料を使用した。また発光側の透明電極には有機透明電極 PEDOT:PSS、背面電極には銀ペーストを使用した。本研究に使用した機能性材料は、全てスクリーン印刷用に調整したものである。また、基板は一般に市販されているトレーシングペーパー(坪量 95g/㎡)を使用した。さらに、紙表面の平坦化を目的とする受容層には、紙との相性が良いシアノエチルセルロース系の材料を使用した[3)]。

４．結果及び考察

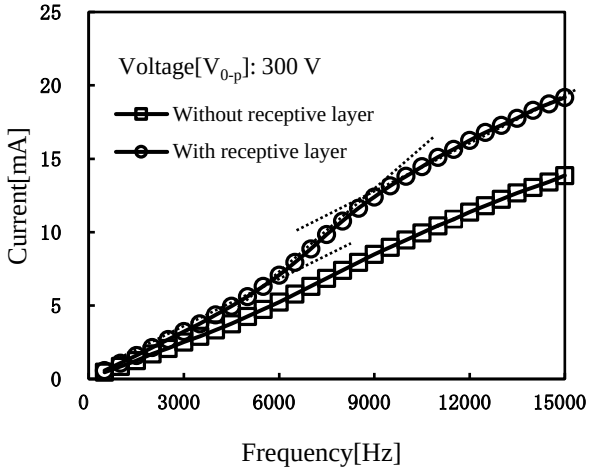


Fig.5 I-F characteristics at 300 V for powder EL device on paper substrate

Fig.5 に本研究で作製した素子の I-F（電流-周波数)特性を示す。電流値は、従来構造の素子では 14mA を示し、受容層を形成した素子では 6kHz、9kHz 付近の二ヶ所の変曲点を経て増加し、約 1.4 倍の 19mA を示した。

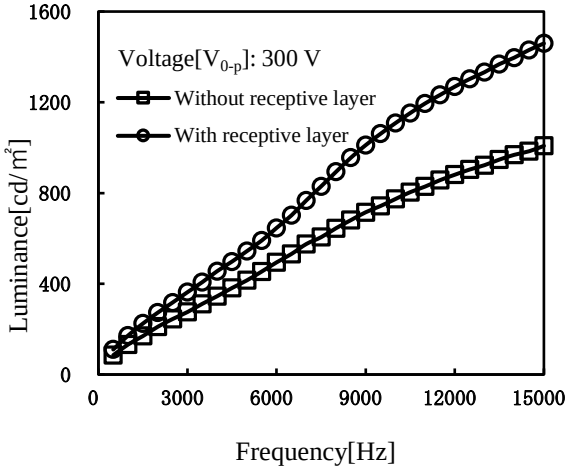
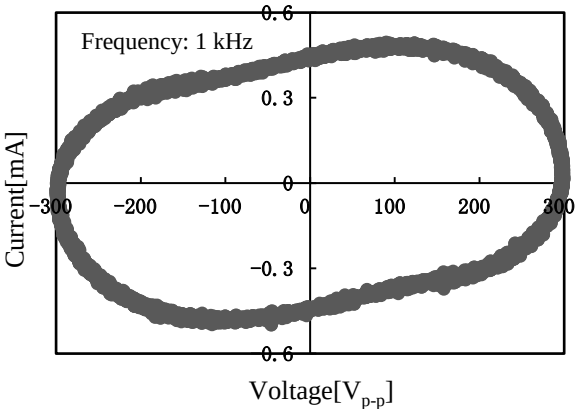
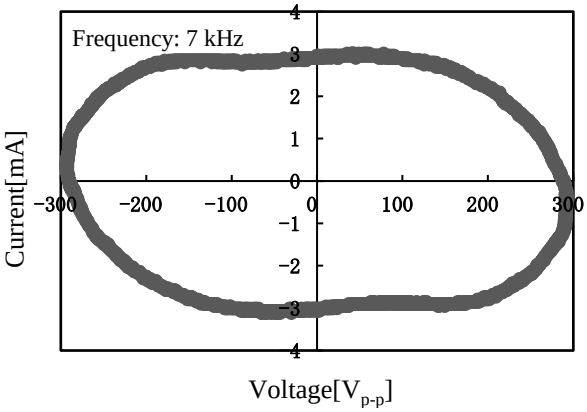


Fig.6 L-F characteristics at 300 V for powder EL device on paper substrate

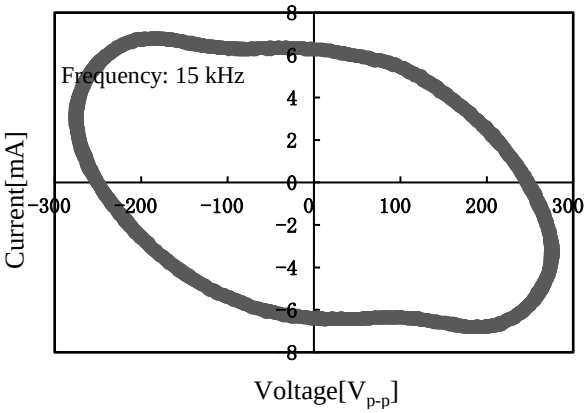
Fig.6 に本研究で作製した素子の L-F(輝度-周波数)特性を示す。発光輝度は、従来構造の素子では 1008cd/㎡を示し、受容層を形成した素子では約 1.5 倍の 1459cd/㎡を示した。



(a)



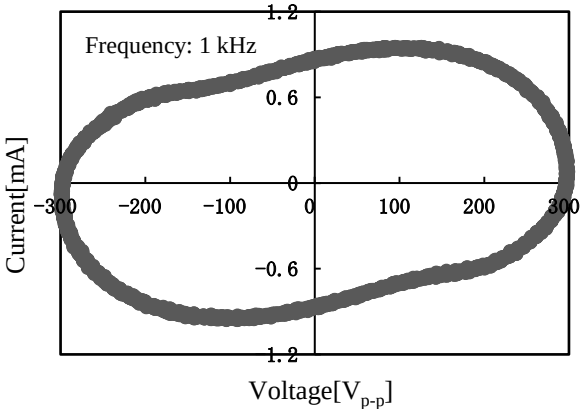
(b)



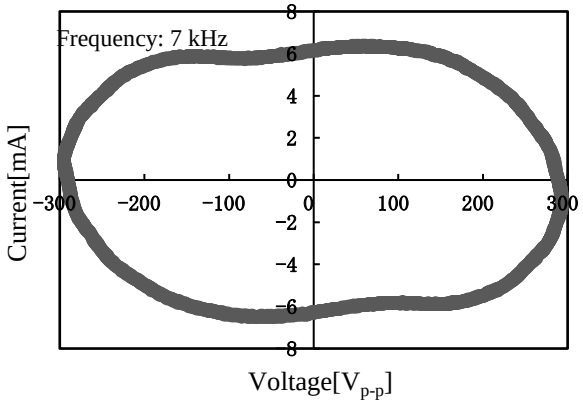
(c)

Fig.7 Lissajous figure at 1 kHz, 7 kHz, 15 kHz for powder EL device without receptive layer on paper substrate

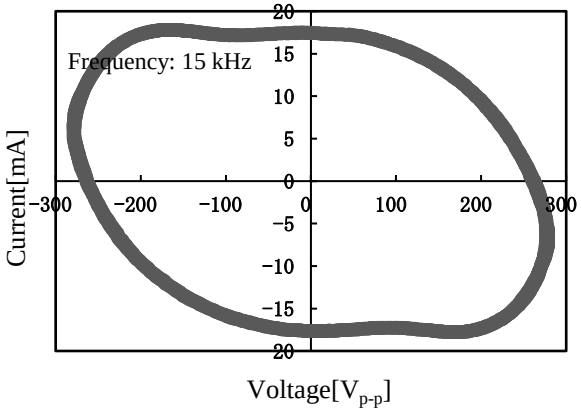
Fig.7 に従来構造の素子に対して周波数 1kHz(a)、7kHz(b)、15kHz(c)印加時のリサジュー図形を示す。



(d)



(e)



(f)

Fig.8 Lissajous figure at 1 kHz, 7 kHz, 15 kHz for powder EL device with receptive layer on paper substrate

Fig.8 には受容層を形成した素子に対して周波数 1kHz(d)、7kHz(e)、15kHz(f)印加時のリサジュー図形を示す。

周波数 1kHz 印加時には、従来構造の素子(a)、受容層を形成した素子(d)のどちらも右上に向かって楕円を描いていることから、コンデンサ成分に加えて抵抗成分が働いていることが考えられる。従来構造の素子では 500Hz、2kHz～4kHz 印加時に同様の形

を示し、受容層を形成した素子では 500Hz、2kHz～5kHz 印加時に同様の形を示した。

周波数 7kHz 印加時には、(b)、(e)のどちらも左右への歪みが少ないことから、コンデンサ成分が強く働いていることが考えられる。従来構造の素子では 5kHz、6kHz、8kHz 印加時に同様の形を示し、受容層を形成した素子では 6kHz、8kHz～10kHz 印加時に同様の形を示した。

周波数 15kHz 印加時には、(c)、(f)のどちらも 1kHz 印加時とは逆方向に歪みが強くなっていることが確認できる。これはコイル成分が持つ、周波数の上昇に伴い増加する誘導性リアクタンスの影響が顕著になっているためだと考えられる。従来構造の素子では 9kHz～14kHz 印加時に同様の形を示し、受容層を形成した素子では 11kHz～14kHz 印加時に同様の形を示した。

５．まとめ

受容層を形成した素子に対して、500Hz～5kHz 印加時には Fig.7 の(a)に示したように右上に向かって楕円を描いていることから、抵抗成分が働いていることが考えられる。6kHz～10kHz 印加時には Fig.7 の(b)に示したように歪みが少ないことから、コンデンサ成分が強く働いていることが考えられる。11kHz～15kHz 印加時には Fig.7 の(c)に示したように左上に向かって楕円を描いていることから、コイル成分が強くなっていることが考えられる。上記に示した 500Hz～15kHz 印加時のリサジュー図形を 3 つに分類する周波数の値と変曲点が発現した周波数の値がおおよそ一致した。このことから、素子にはコンデンサ成分、抵抗成分、コイル成分が存在し、それぞれの周波数の変化による電流の変化の違いが変曲点の発現に影響していると考えられる。

また、従来構造の素子の場合には受容層を形成した素子と比較して、リサジュー図形を 3 つに分類する周波数の値に違いはあったものの、同様の傾向を示した。

このことから、コンデンサ成分、抵抗成分、コイル成分の影響に加え、素子の電流の流れやすさも変曲点の発現に影響しているのではないかと考えられる。

参考文献

1) Naoki Takeda, Hiromi Tsubota, Toshifumi Satoh, “Formation of Receptive Layer Affects Luminescence Properties of Powder Electroluminescent Device”, Proceedings of the 119th Annual Conference of the Imaging Society of Japan (Imaging Conference JAPAN 2017), pp29-31(2017) [in japan].
2) Toshifumi Satoh, Takeshi Nakatsuta, Keisuke Tsuruya, Tohru Tamura, Hiroyuki Tango, “Electrical Properties of Distributed-Type Inorganic EL Panel for Two-Side Emission”, Journal of Printing Science and Technology, Vol.43, No.6, pp.436-440(2006) [in Japanese].
3) Hiromi Tsubota, Toshifumi Satoh, “Powder Electroluminescent Device Made on Receptive Layer on Paper Substrate”, Proceedings of the 117th Annual Conference of the Imaging Society of Japan (Imaging Conference JAPAN 2016), pp.65-67(2016) [in Japanese].

1:00 PM - 4:00 PM (Thu. Jun 21, 2018 1:00 PM - 4:00 PM Reception Hall)

[INP-19f] Inside Imaging of Kasuga Tumulus by Muon-radiography

*Katsumi ISHIGURO[1], Kiyohide SAITO[1], Masahiko HIRATA[2], Mitsuhiro NAKAMURA[3], Kunihiro MORISHIMA[3], Akira NISHIO[3] （1. Archaelogical institute of Kashihara, Nara prefecture, 2. Ikaruga-cho Board of Education, 3. Nagoya University）

1:00 PM - 4:00 PM (Thu. Jun 21, 2018 1:00 PM - 4:00 PM Reception Hall)

[INP-20p] Proposal of Integrated Analysis System for Retinal Fundus Images and Classification of Retinal Areas Using Spatial Frequency

*Toshio Modegi[1] （1. Dai Nippon Printing Co., Ltd.）

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション

[PS] インタラクティブセッション ポスター発表
Interactive Session. Poster Presentation

2018年6月21日(木) 13:00 〜 16:00 レセプションホール (けやき会館 三階)

[INP-21i] 溶液プロセスによる短チャネル有機トランジスタの高移動度化：MoO_3塗布注入層を用いた接触抵抗低減
Enhanced Mobility in Solution-Processed Short-Channel Organic Transistors: Reduction of Contact Resistances using Spin-Coated MoO_3 Injection Layers

*饗庭 智也[1]、永瀬 隆[1,2]、小林 隆史[1,2]、貞光 雄一[3]、内藤 裕義[1,2] （1. 大阪府立大学、2. 大阪府立大分子エレクトロニックデバイス研、3. 日本化薬(株)）
*Tomoya Aiba[1], Takashi Nagase[1,2], Takashi Kobayashi[1,2], Yuichi Sadamitsu[3], Hiroyoshi Naito[1,2] （1. Osaka Pref. Univ. , 2. RIMED, 3. Nippon Kayaku Co., Ltd.）

有機電界効果トランジスタ (OFET) のディスプレイ、論理回路等への応用には、チャネル長 5 m の短チャネル素子での実効移動度の向上が重要な指標となる。本研究では、正孔ドープ層として用いられるMoO_3注入層を塗布形成しUV/O_3処理を施すことで、短チャネルトップゲートdioctylbenzothienobenzothiophene (C_8-BTBT) OFETにおいて、飽和移動度は最高で1.4 cm^2/Vs、線形移動度では2.7 cm^2/Vsの高い実効移動度が得られることが分かった。また、接触抵抗は0.4 kΩcm (V_G = -30 V) となり、素子作製後1か月以上経過しても安定動作が可能であることが分かった。

溶液プロセスによる短チャネル有機トランジスタの高移動度化: MoO_3 塗布注入層を用いた接触抵抗低減

饗庭 智也*, 永瀬 隆*,**, 小林 隆史*,**,
貞光 雄一***, 内藤 裕義*,**

*大阪府立大学　大学院工学研究科　電子・数物系専攻
**大阪府立大学　分子エレクトロニックデバイス研究所
***日本化薬株式会社 研究企画部

Enhanced Mobility in Solution-Processed Short-Channel Organic Transistors: Reduction of Contact Resistances using Spin-Coated MoO_3 Injection Layers

Tomoya Aiba*, Takashi Nagase*,**, Takashi Kobayashi*,**, Yuichi Sadamitsu*** and Hiroyoshi Naito*,**

*Department of Physics and Electronics, Osaka Prefecture University
**The Research Institute for Molecular Electronic Devices (RIMED), Osaka Prefecture University
***R&D Planning Division, Nippon Kayaku Co., Ltd.

We have investigated the electrical characteristics of dioctylbenzothienobenzothiophene (C_8-BTBT)-based top-gate organic field-effect transistors (OFETs) having solution-processed MoO_3 injection layers. By treating with UV/O_3 to solution-processed MoO_3 injection layers, channel-width normalized contact resistance is remarkably reduced to 0.4 kΩcm at V_G= −30 V, and the hole injection characteristics are better than that of Au electrode modification with pentafluorobenzenethiol. Top-gate C_8-BTBT FET devices with channel length of 5 μm exhibit high effective mobilities up to 1.4 and 2.7 cm^2/Vs in saturation and linear regimes, respectively. The obtained results indicate that hole doping to C_8-BTBT layers by UV/O_3-treated MoO_3 contributes strongly to the reduction in the access resistance of top-gate C_8-BTBT FETs.

１．はじめに

有機トランジスタは活性層に有機半導体薄膜を用いた電界効果トランジスタ (FET) であり、塗布や印刷等の溶液プロセスを用いた低コスト作製が可能である。加えて軽量でフレキシブルであるという特長を有するため、フレキシブルディスプレイや低コスト無線情報タグ、大面積センサなどへの応用が期待されている。近年、有機 FET の電界効果移動度は飛躍的に向上し、特に可溶性の有機半導体を用いた p 型有機 FET では、10 cm^2/Vs を越える高い移動度が達成されている [1-4]。

しかしながら、有機 FET の電界効果移動度は接触抵抗により大きく制限されることが知られており [5]、短チャネル素子での実効的な移動度の向上は依然として OFET の実用化に際しての重大な課題となっている [6]。接触抵抗は、電極／有機半導体界面の注入障壁による抵抗成分と電極からチャネルまでの半導体バルク領域による抵抗成分 (アクセス抵抗) に大別される。トップゲート／ボトムコンタクト構造を有する有機 FET は、ソース-ドレイン電極の微細加工が可能であり、電極／有機半導体界面の注入障壁の影響を受けにくいことから、有機論理回路の応用に向けた研究開発が近年盛んに行われているが、短チャネル素子の高移動度化にはアクセス抵抗の低減が求められている。

p 型有機 FET のアクセス抵抗の低減には、正孔ドープ層として働く MoO_3 や WO_3 などの酸化物半導体が利用されているが [7,8]、正孔ドープ能は酸化物半導体の伝導帯端準位と p 型有機半導体の最高被占有分子軌道 (HOMO) の位置に左右され、深い HOMO 準位を有する p 型有機半導体では有効に正孔ドープが行われないことが報告されている [9]。

本研究では、2,7-dioctyl[1]benzothieno[3,2-b][1]benzothiophene (C_8-BTBT) を用いた塗布型トップゲート有機 FET において、塗布形成した MoO_3 正孔注入層 [10,11] に対する UV/O_3 処理の効果を調べた [12]。トップゲート C_8-BTBT FET の接触抵抗は、UV/O_3 処理を施した MoO_3 塗布層による半導体層への正孔ドーピング効果によって減少し、短チャネル素子で 1 cm^2/Vs を超える高い実効移動度が得られることが分かったので報告する。

＊〒599-8531 大阪府堺市中区学園町 1-1
＊1-1 Gakuen-cho, Naka-ku, Sakai, Osaka, 599-8531, Japan
e-mail:tomoya.aiba.oe@pe.osakafu-u.ac.jp (Tomoya Aiba)

２．実験

図 1 に作製したトップゲート／ボトムコンタクト C_8-BTBT FET の素子構造を示す。ソース-ドレイン電極のパターニングはフォトリソグラフィとリフトオフより行い、洗浄した高ドープ Si/SiO_2 ウェハ基板上に Cr を密着層 (2 nm 厚) とする Au 対向電極 (30 nm 厚) を真空蒸着により形成した。

MoO_3 粉末を超純水に濃度 0.1 wt%で溶解させ 80 ℃で一晩攪拌させた後、作製した電極基板上に大気下でスピンコート法により製膜し、10 分間真空下で 100 ℃の熱処理乾燥を行うことで、正孔注入層を形成した。UV/O_3 処理を施した後、基板上にクロロベンゼンに濃度 1 wt%で溶解させた C_8-BTBT をスピンコートすることで半導体層を形成した。溶媒を乾燥させた後、フッ素系絶縁性高分子 CYTOP (CTL-809M、旭硝子) をスピンコートすることでゲート絶縁膜を形成した。CYTOP 膜上に Al ゲート電極を真空蒸着により形成し、MoO_3 注入層を有するトップゲート／ボトムコンタクト FET 素子を作製した。チャネル幅 W は 1.5 mm、チャネル長 L は 5~100 μm とし、CYTOP ゲート絶縁膜の膜厚 d は 300 nm 程度である。有機半導体及び絶縁体の製膜と特性測定は窒素雰囲気下で行った。

また、UV/O_3 処理のみを施した Cr/Au ソース-ドレイン電極及び Au 表面を pentafluorobenzenethiol (PFBT) 自己組織化単分子膜 [5] で化学修飾することで正孔注入層を形成した Cr/Au ソース-ドレイン電極を有するトップゲート C_8-BTBT FET を作製し、移動度や接触抵抗の比較を行った。

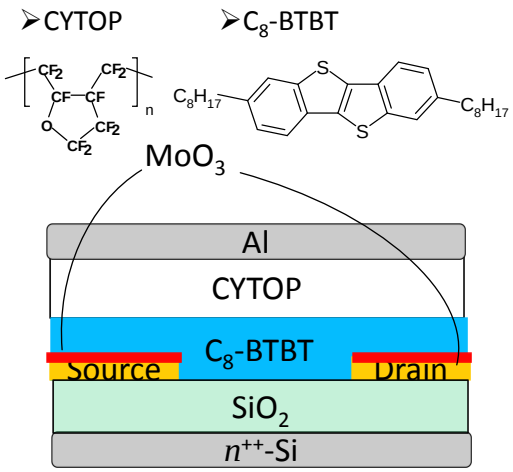


Fig. 1 Device structure of top-gate C_8-BTBT FET and chemical structure of CYTOP and C_8-BTBT.

３．結果

図 2 に UV/O_3 処理時間の異なる MoO_3 塗布注入層を有するチャネル長 5 μm の素子の伝達特性を示す。ドレイン電流 I_D は MoO_3 注入層への UV/O_3 処理時間と共に大きく増加し、移動度は 1 時間以上の処理で飽和することが分かった。同図より UV/O_3 処理を増加させることで、オフ電流が増加し、閾値電圧が正側にシフトしていることが分かる。これは半導体層の抵抗が減少していることを示しており、MoO_3 層に UV/O_3 処理を施すことで、深い HOMO 準位を有する C_8-BTBT (5.8 eV) への正孔ドーピングが促進されることが分かった。

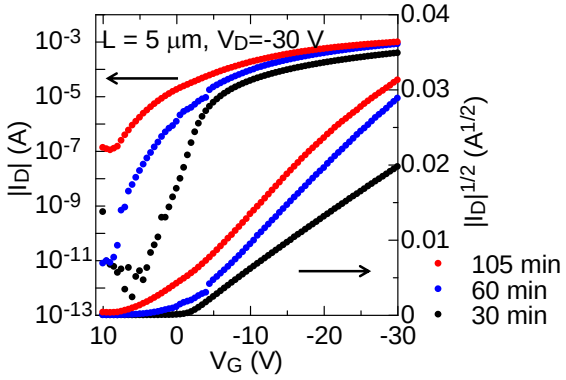


Fig. 2 Transfer characteristics of top-gate C_8-BTBT FET with L = 5 μm using UV/O_3 -treated MoO_3 hole injection layers at different UV/O_3 treatment times.

図 3 に UV/O_3 処理を 60 分間施した短チャネル素

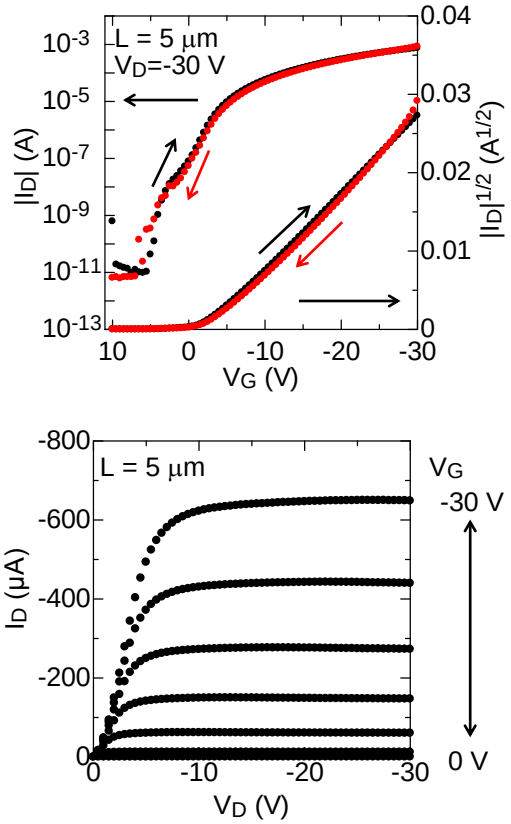


Fig. 3 Transfer and Output characteristics of top-gate C_8-BTBT FET with L = 5 μm using UV/O_3 -treated MoO_3 hole injection layer.

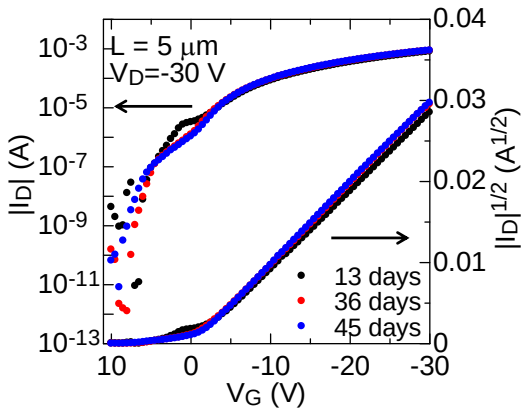


Fig. 4 Transfer characteristics of top-gate C_8-BTBT FET with L = 5 μm using UV/O_3 -treated MoO_3 injection layer measured at 13, 36 and 45 days just after the fabrication of the OFETs.

子の飽和領域の伝達特性と出力特性を示す。出力特性は明瞭な飽和領域を有し、伝達特性はゲート電圧の掃引に対するヒステリシスを殆ど示さず、10^7 以上の on/off 比を示す良好な FET 特性が得られることが分かった。また、図 4 に示す様に伝達特性は素子作製後 1 ケ月以上経過しても変化せず、安定に動作することが分かった。

図 5 に線形領域と飽和領域の電界効果移動度のチャネル長依存性を示す。また、表 1 に異なる正孔注入層を有する素子のチャネル長 5 μm の平均及び最高移動度を示す。UV/O_3 処理を施した MoO_3 注入層を用いた短チャネル素子の移動度は、飽和領域で平均 1.1 cm^2/Vs、最高 1.4 cm^2/Vs、線形領域で平均 2.5 cm^2/Vs、最高 2.7 cm^2/Vs と高い値を示した。特に、有機 FET に一般的に用いられている PFBT 正孔注入層を有する短チャネル素子と比べて、2 倍以上の移動度向上が可能となることが分かった。

Table. 1 Saturation (V_D = −30 V) and linear (V_D = −3 V) mobilities of top-gate C_8-BTBT FETs using different hole injection layers.

Hole injection layer	Mobility (cm^2/Vs)			
	Sat. Ave.	Sat. Max.	Lin. Ave.	Lin. Max.
UV/O_3-treated MoO_3	1.1	1.4	2.5	2.7
PFBT	0.43	0.47	1.1	1.2
None	0.32	0.41	0.74	0.90

UV/O_3 処理を施した MoO_3 注入層を有する素子の接触抵抗を Transmission line method (TLM) を用いて評価した (図 6)。MoO_3 注入層を用いた素子の接触抵抗のゲート電圧 V_G = −30 V で 0.4 kΩcm と得られた。この値は、PFBT を用いた素子 (2.1 kΩcm) や UV/O_3 処理を施した Au 電極のみを有する素子 (3.7 kΩcm) と比べて低く、UV/O_3 処理した MoO_3 注入層を有する短チャネル素子での高い移動度は接触抵抗の減少に由来したものであることが分かった。

ソース電極と有機半導体層の注入障壁に関する知見を得るため、ケルビンプローブ力顕微鏡 (KFM) 及び紫外光電子分光法 (UPS) を用いて、各電極の仕事関数を評価した。なお KFM 測定では、Pt コートカンチレバーの仕事関数は文献値 [13]より 5.05 eV とすることで仕事関数を決定した。図 7 に得られた仕事関数と各素子の接触抵抗の関係を示す。UV/O_3 処理を施した MoO_3 注入層の仕事関数は PFBT を有する Au 電極に比べて小さく、C_8-BTBT の HOMO 準位 (5.8 eV) への正孔注入に対するエネルギー障壁は高

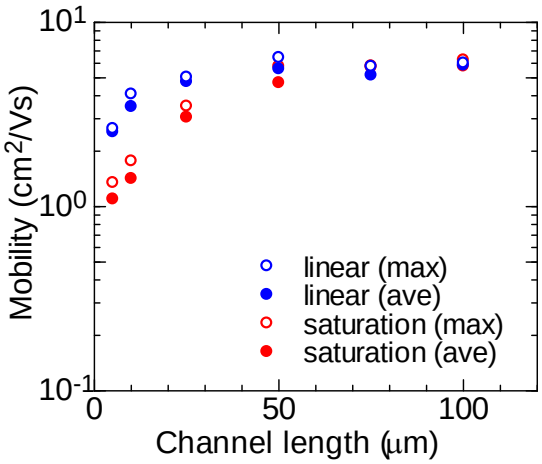


Fig. 5 Channel-length dependence of field-effect mobilities of top-gate C_8-BTBT FETs using UV/O_3 -treated MoO_3 injection layer in saturation (V_D =−30 V) and linear (V_D = −3 V) regions.

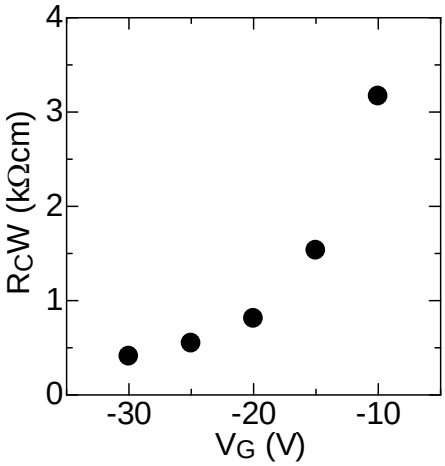


Fig. 6 Gate-voltage (V_G) dependence of channel-width normalized contact resistances of top-gate C_8-BTBT FET using UV/O_3-treated MoO_3 injection layer.

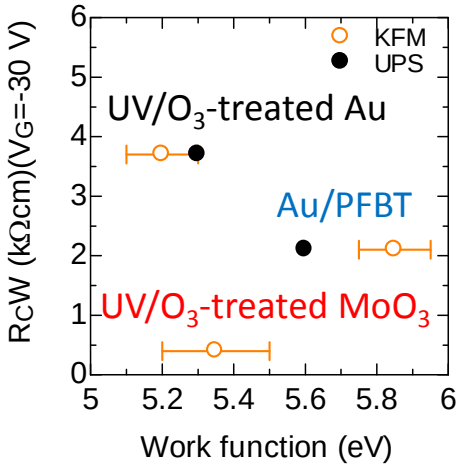


Fig. 7 Channel-width normalized contact resistance versus work function of the source electrode using different hole injection layers.

いが、より低い接触抵抗を示していることが分かる。得られた結果は UV/O_3 処理した MoO_3 注入層を有する素子では電極上からチャネルまでのアクセス抵抗が低減していることを強く示唆しており、図 2 で見られた C_8-BTBT 層への正孔ドーピングに主に起因したものと考えられる。また、接触抵抗が大幅に減少していることから、有機半導体への正孔ドープによるフェルミ準位の変化に由来した注入障壁の低下[14] も関与している可能性もある。

4．まとめ

本研究では、チャネル長 5 μm の塗布型トップゲート C_8-BTBT FET の接触抵抗の低減及び高移動度化を目的とし、MoO_3 塗布注入層に対する UV/O_3 処理の効果を調べた。MoO_3 注入層に 1 時間程度の UV/O_3 処理を施すことで、短チャネル領域の実効移動度が大きく改善され、チャネル長 5 μm の素子において飽和領域で 1.4cm^2/Vs、線形領域で 2.7 cm^2/Vs までの高移動度化が可能であることが分かった。接触抵抗は PFBT 正孔注入層を用いた場合よりも低く、0.4 kΩcm (V_G = −30 V) まで低減できることが分かった。この様な接触抵抗の低減は UV/O_3 処理した MoO_3 注入層による C_8-BTBT 層への正孔ドーピング効果の促進によるアクセス抵抗の減少に由来したものと考えられる。

謝辞

本研究は、科学研究費助成金 (17H03238, 17H01265) 及び (一財) テレコム先端技術研究支援センター (SCAT) の助成を受けたものであり、関係者各位に深く感謝を致します。また、UPS による仕事関数測定にご協力いただいた北村雅季教授 (神戸大学) に感謝の意を表します。

参考文献

1) H. Minemawari, T. Yamada, H. Matsui, J. Tsutsumi, S. Haas, R. Chiba, R. Kumai, T. Hasegawa: Inkjet printing of single-crystal films, Nature, **475**, 364 (2011).
2) Y. Yuan, G. Giri, A. L. Ayzner, A. P. Zoombelt, S. C. B. Mannsfeld, J. Chen, D., Nordlund, M. F. Toney, J. Huang and Z. Bao: Ultra-high mobility transparent organic thin film transistors grown by an off-centre spin-coating method, Nature Commun., **5**, 3005 (2014).
3) C. Mitsui, T. Okamoto, M. Yamagishi, J. Tsurumi, K. Yoshimoto, K. Nakahara, J. Soeda, Y. Hirose, H. Sato, A. Yamano, T. Uemura, and J. Takeya: High-performance solution-processable N-shaped organic semiconducting materials with stabilized crystal phase, Adv. Mater., **26**, 4546 (2014).
4) H. Iino, T. Usui, and J. Hanna: Liquid crystals for organic thin-film transistors, Nat. Commun., **6**, 6828 (2015).
5) M. Kitamura, Y. Kuzumoto, W. Kang, S. Aomori, and Y. Arakawa: High conductance bottom-contact pentacene thin-film transistors with gold-nickel adhesion layers, Appl. Phys. Lett., **97**, 033306 (2010).
6) K. Fukuda and T. Someya: Recent progress in the development of printed thin-film transistors and circuits with high-resolution printing technology, Adv. Mater., **29**, 1602736 (2017).
7) T. Matsushima, Y. Kinoshita, and H. Murata: Formation of ohmic hole injection by inserting an ultrathin layer of molybdenum trioxide between indium tin oxide and organic hole-transporting layers, Appl. Phys. Lett., **91**, 253504 (2007).
8) J. Meyer, S. Hamwi, M. Kröger, W. Kowalsky, T. Riedl, and A. Kahn: Transition metal oxides for organic electronics: Energetics, device physics and applications, Adv. Mater., **24**, 5408 (2012).
9) M.C. Gwinner, R.D. Pietro, Y. Vaynzof, K.J. Greenberg, P.K.H. Ho, R.H. Friend, and H. Sirringhaus: Doping of organic semiconductors using molybdenum trioxide: a quantitative time-dependent electrical and spectroscopic study: Adv. Funct. Mater., **21**, 1432 (2011).
10) D. Kumaki, Y. Fujisaki, and S. Tokito: Reduced contact resistance and highly stable operation in polymer thin-film transistor with aqueous MoO_x solution contact treatment, Org. Electron., **14**, 475 (2013).
11) X. Liu, M. Kanehara, C. Liu, K. Sakamoto, T. Yasuda, J. Takeya, and T. Minari: Spontaneous patterning of high-resolution electronics via parallel vacuum ultraviolet, Adv. Mater., **28**, 6568 (2016).
12) T. Aiba, S. Sanda, T. Nagase, T. Kobayashi, Y. Sadamitsu, and H. Naito: Effect of solution-processed MoO_3 injection layers on the device characteristics of top-gate organic transistors, Abstracts of the 14th Thin-Film Materials and Devices Meeting, 155 (2017). [in Japanese]
13) N. Sato, S. Katori, K. Kobayashi, K. Matsushige, and H. Yamada: Surface potential measurement of organic multi-layered films on electrodes by kelvin probe force microscopy : IEICE Trans. Electron, **E98–C**, 91 (2015).
14) M. Zhou, L.-L. Chua, R.-Q. Png, C.-K. Yong, S. Sivaramakrishnan, P.-J. Chia, A.T.S. Wee, R.H. Friend, and P.K.H. Ho: Role of δ-hole-doped interfaces at ohmic contacts to organic semiconductors: Phys. Rev. Lett., **103**, 036601 (2009).

1:00 PM - 4:00 PM (Thu. Jun 21, 2018 1:00 PM - 4:00 PM Reception Hall)

[INP-22f] Improvement of Brightness for Color Images Using Reversible Data Hiding

*Kotoko HIRAOKA[1], Shoko IMAIZUMI[1] （1. Chiba University）

1:00 PM - 4:00 PM (Thu. Jun 21, 2018 1:00 PM - 4:00 PM Reception Hall)

[INP-23p] A Simple Color-vision Test Pattern for Determining the Type and Degree of Color Deficiency

*Masaki Nose[1], Aya Oohira[2], Yoshihiko Azuma[3], Keiji Uchikawa[4] （1. Ricoh Company Ltd., 2. Otake Ganka, 3. Tokyo Polytechnic University, 4. Kanagawa Institute of Technology）

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション

[PS] インタラクティブセッション ポスター発表
Interactive Session. Poster Presentation

2018年6月21日(木) 13:00 〜 16:00 レセプションホール (けやき会館 三階)

[INP-24i] 交流インピーダンス法による pn接合型有機半導体積層膜の電荷輸送特性解析
Charge Transport Properties of PN Junction Type Organic Semiconductor Film Analyzed by AC Impedance Spectroscopy

*南田 瑛介[1]、中村 一希[1]、小林 範久[1] （1. 千葉大学）
*Eisuke Minamida[1], Kazuki Nakamura[1], Norihisa Kobayashi[1] （1. Chiba University）

有機半導体は、電子写真感光体や有機EL、有機TFTなど種々のデバイスで用いられている。これらのデバイスは有機半導体層を積層した構造を有しており、それら有機層界面における電荷輸送機構の解明は素子特性向上のために重要である。本研究では、インピーダンス分光法による有機半導体積層膜における電荷輸送機構の解明を目指した。

Organic semiconductors are widely applied in various devices such as electro photo graphic systems, organic light emitting diode, and organic thin-film transistors. These devices have multilayered structure of the organic semiconductor films. Therefore, understanding of the charge transporting mechanism at the interface of organic layers is still important subject for improvement of the device performance. In this research, we aimed analysis of the charge transporting mechanism at the multilayered organic semiconductor film, by using impedance spectroscopy.

交流インピーダンス法による pn 接合型有機半導体積層膜の電荷輸送特性解析

南田　瑛介*，中村　一希*，小林　範久*
*千葉大学　大学院　工学研究院

Charge transport properties of pn junction type organic semiconductor film analyzed by AC impedance spectroscopy

Minamida Eisuke*, Nakamura Kazuki*, and Kobayashi Norihisa*
*Graduate school of Engineering, Chiba University

Organic semiconductors are widely applied in various devices such as electrophotographic systems, organic light emitting diode, and organic thin-film transistors. These devices have multilayered structure of the organic semiconductor films. Therefore, understanding of the charge transporting mechanism at the interface of organic layers is still important subject for improvement of the device performance. In this research, we aimed analysis of the charge transporting mechanism at the multilayered organic semiconductor film, by using impedance spectroscopy.

１．緒　　言

有機半導体は、無機半導体と比較し軽量・フレキシブルであることから電子写真感光体や有機 EL、有機 TFT など様々な有機薄膜デバイスに応用されている。これらのデバイスは有機半導体層を積層した構造を有しており、それら有機層界面における電荷輸送機構の解明は素子特性向上のために重要である。従来より、有機半導体層におけるキャリア移動度の測定には、過渡光電流波形の観察を行う Time of Flight 法 [1]と呼ばれる手法が多く用いられてきたが、光刺激による素子の劣化や厚膜の試料が必要といった問題点があった。

そこで近年注目されている電荷輸送特性の解析手法が交流インピーダンス法 [2]である。この手法では、微小交流電圧に対する応答電流信号の電流振幅ならびに入力信号との位相差から測定素子のインピーダンスを算出し、それを実軸が抵抗値、虚軸がリアクタンスとしてプロットすることでスペクトルとして表す。これらのインピーダンススペクトルに対して等価回路を決定することで、測定素子の抵抗やキャパシタンスなどを算出することが可能となり、有機薄膜の劣化機構やキャリア移動度、再結合の評価などを非破壊で行うことが可能となる。

しかし、この手法はホール、エレクトロン両者を注入、移動できる積層型素子や実素子に対して十分に適用されているわけではない。そこで、本研究では、交流インピーダンス法による有機半導体積層膜における電荷輸送機構の解明を目指し、pn 接合型有機 EL 素子を構築して p 型、n 型有機半導体界面における電荷挙動の解析を試みた。

２．実　　験

ITO 電極上に PEDOT:PSS 水溶液と 2-プロパノールの混合溶液を滴下し、PEDOT:PSS 膜をスピンコート法により製膜した。熱真空乾燥後、この PEDOT:PSS 膜上に m-TPD/Bisphenol-A-polycarbonate 複合膜(重量比 4:6)を 1,2-ジクロロエタン溶液を用いたスピンコート法により製膜し、真空乾燥させた。その後 Al を対向電極として真空蒸着し、ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Al 素子を作製した。また、同素子の m-TPD 分散膜上にアルミキノリニウム錯体 (Alq_3)、Al を順に真空蒸着した ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Alq_3/Al 素子も作製した。Fig. 1 に、作製した両素子のエネルギーダイアグラムを示す。インピーダンス測定(AC = 0.1 V)は ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Al 素子および ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Alq_3/Al 素子に対し常温・真空プローバ中、直流電圧(0~40V)印加下において行った。印加電圧は、Al 電極に対する ITO 電極の電圧として示す。

〒263-8522 千葉県千葉市稲毛区弥生町１－３３
1-33, Yayoicho, Inage-ku, chiba-shi, chiba, 263-8522 Japan
e-mail: koban@faculty.chiba-u.jp

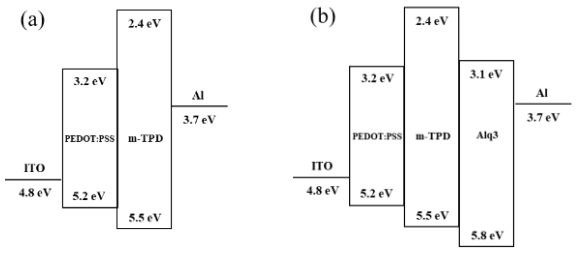


Fig. 1 Schematic energy diagrams (a) the ITO/PEDOT:PSS/m-TPD/Al cell and (b) the ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Alq_3/Al cell

3．結果と考察

m-TPD 分散膜におけるホール移動度を確認するために、交流インピーダンス法によって膜のホール移動度を算出した。Fig. 2 に、交流インピーダンス測定により得た ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Al 素子におけるキャパシタンスの周波数特性を示す。直流電圧 20, 30, 40 V を印加した際にキャパシタンスの極小値がみられた。これは交流電圧の周波数低下に伴い、交流応答する注入キャリアが半周期の時間において、対向電極に到達できるようになったためと考えられる。このキャパシタンスの極小値から膜中のホール移動度を差分サセプタンス法で算出すると、直流電圧 20 V 印加時に 1.14×10^{-7} cm^2/Vs であり m-TPD 分散膜として妥当な値が得られた。また、極小値がみられた 20 V 以上の領域は、I-V 測定より空間電荷制限電流(SCLC)領域であることが分かった。

次に、p 型、n 型有機半導体界面における電荷挙動の解析を目指し、ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Alq_3/Al 素子に対して交流インピーダンス測定を行った。Fig. 3 に、ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Alq_3/Al 素子におけるインピーダンススペクトルを示す。直流電圧 5V から 10V にかけて大幅な抵抗値成分の減少がみられた。この結果は、ホール、エレクトロンの再結合に起因すると考えられ、I-V 特性における直流電圧 10V 以上の領域での大幅な電流値上昇およびその際のホール、エレクトロンの再結合に起因する発光からも支持されている。さらに、発光が確認された 30V 印加時におけるインピーダンススペクトルの高周波域においては R-C 並列回路に相当する半円のスペクトルがみられたが、低周波域においては第 4 象限に誘導性の成分が見られた(Fig. 3 inset)。これは、低周波域において位相が正方向にずれ、再結合電流がインダクタス成分としてスペクトルに反映されたためと考えられる。

そこで、発光が確認された直流電圧 10V および 30V 印加時の ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Alq_3/Al 素子におけるキャパシタンスの周波数特性を測定した(Fig. 4)。両電圧印加時、低周波域においてキャパシタンスが負の値を示した。負のキャパシタンスが、ホール移動度およびエレクトロン移動度から成る再結合定数を用いて算出可能であること [2]および 10V 印加時と比較し、30V 印加時において負のキャパシタンスを大きく生じたということから、印加電圧上昇によりホール、エレクトロンの移動度差が大きくなることが示唆された。

以上、交流インピーダンス法により、pn 接合型有機半導体積層膜の電荷輸送特性を評価可能であることが明らかとなった。

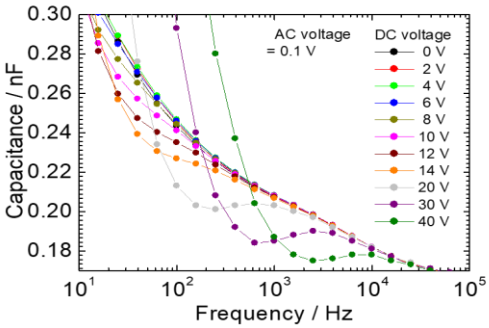


Fig. 2 Frequency dependence of the capacitance in the ITO/PEDOT:PSS/m-TPD/Al cell for various voltage.

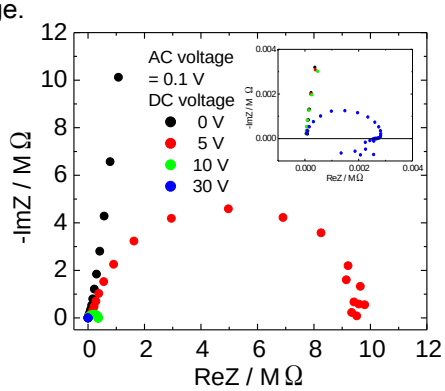


Fig. 3 Impedance spectra of the ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Alq_3/Al cell for DC voltage = 0 ~ 30 V.Inset: scale expansion.

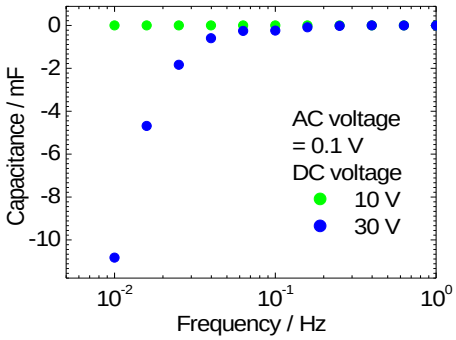


Fig. 4 Frequency dependence of the capacitance in the ITO/ PEDOT:PSS /m-TPD /Alq_3/Al cell for DC voltage = 10 and 30 V.

参考文献

1) Masahiro Funahashi, “Measurement of Mobility in Liquid-Crystalline Systems Using Time-of-Flight Methods”, The Japanese Liquid Crystal Society, Vol.17, No.1, pp. 55-66 (2013) [in Japanese].

2) Masashi Takata, Kenichiro Takagi, Takashi Nagase, Takashi Kobayashi, and Hiroshi Naito, “Effects of Bimolecular Recombination on Impedance Spectra in Organic Semiconductors: Analytical Approach”, Journal of Nanoscience and Nanotechnology, Vol.16, pp. 3322-3326 (2016).

1:00 PM - 4:00 PM (Thu. Jun 21, 2018 1:00 PM - 4:00 PM Reception Hall)

[INP-25f] An Information Embedding Scheme with Resilience against Clipping Attacks

*Saori MORINAGA[1], Shoko IMAIZUMI[1] (1. Chiba University)

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション

[PS] インタラクティブセッション ポスター発表
Interactive Session. Poster Presentation

2018年6月21日(木) 13:00 〜 16:00 レセプションホール (けやき会館 三階)

[INP-26i] AccurioPress C6100シリーズにおける RU-518のデカーラ性能向上
The RU-518 New Relay Unit: Improvement on Decurling Ability and Adjustability.

*角田 旭[1] （1. コニカミノルタ株式会社）
*Akira Tsunoda[1] （1. KONICA MINOLTA,INC.）

コニカミノルタは，2017年度第3四半期に商業印刷市場にむけたデジタル印刷システムAccurioPress C6100/RU-518を発売開始した。印刷機であるAccurioPress C6100と多機能を有した中継搬送ユニットのRU-518で構成された本システムにより，メディア対応拡大，スキルレス化によるダウンタイム低減，成果物の品位向上を実現した。本発表では，RU-518に搭載したデカーラシステムにおいて、ダウンタイム低減と成果物の品位向上を実現する為に，カール矯正能力拡大，カール調整の操作性向上の搭載技術について紹介する。

AccurioPress C6100 シリーズにおける RU-518 のデカーラ性能向上

角田　旭

コニカミノルタ株式会社　情報機器開発本部　第 1 製品開発センター

The RU-518 New Relay Unit : Improvement on Decurling Ability and Adjustability.

Akira Tsunoda

Products Development Center 1, R&D Headquarters Business Technologies, KONICA MINOLTA, Inc.

Konica Minolta launched the digital printing system AccurioPress C6100 / RU-518 to the commercial printing market in the third quarter of 2017.

With AccurioPress C6100 and RU - 518 which is a multifunctional new relay unit, we accomplished media compatibility expansion, skill lessening, downtime reduction and improvement on the quality of printed products.

In order to reduce downtime and improve the quality of printed products with the RU - 518 decurler system, we will report about mounting technology for improving curl adjustment operability and curling correction ability.

１．はじめに

コニカミノルタは，2017 年度第 3 四半期に商業印刷市場にむけたデジタル印刷システム AccurioPress C6100/RU-518 を発売開始した．印刷機である AccurioPress C6100 と多機能を有した中継搬送ユニットの RU-518 で構成された本システムにより，メディア対応拡大，スキルレス化によるダウンタイム低減，成果物の品位向上を実現した．

本稿では，ダウンタイム低減と成果物の品位向上を実現する為に，RU-518 のデカーラシステムで搭載したカール矯正能力拡大，カール調整の操作性向上の技術について報告する．

Fig.1 Photograph of the AccurioPress 6100/RU518

＊〒192-8505 東京都八王子市石川町 2970
＊2970 Ishikawa-machi ,Hachioji-shi, Tokyo, 192-8505, Japan
e-mail:　akira.tsunoda@konicaminolta.com

２. RU-518 製品紹介

RU-518 は，AccurioPress C6100 を含むプロダクションプリントのカラー機・モノクロ機の全ての本体に装着される中継オプションユニットである．また省人化・スキルレス化，成果物の品位向上，メディア対応拡大の為に，カール矯正（デカーラ），用紙冷却，長尺紙・封筒・スクラッチ対応・パージ排紙対応などの多機能な性能向上を達成した魅力的な製品である．その中で，今回はカール矯正（デカーラ）に焦点を絞り報告する．

３．デカーラとは

本体定着部の熱により，用紙表裏の水分量の差が生じ，表裏どちらかに用紙が曲がることをカールという．デカーラとは，本体から排出されたカールした用紙を矯正する装置のことをいう．

Fig.2 Diagram of curl and decurler

カールは，様々な要因により，カール方向や高さなどの状態が異なってくる．その要因として，本体の定着部の温度条件，印字率・印字面など本体通紙条件，用紙の紙種・坪量・用紙目方向・用紙のロット差・用紙開封面の方向などの用紙条件がある．

カールによる不具合としては，カールが大きいとユーザーの用紙ハンドリング性が悪くなる．

また，排紙オプションで処理を行う際に，カール起因による整合不良などが発生し，最終的な成果物の品位に影響を与える可能性がある．

その為，様々な条件でも安定したカール矯正を行う事が必要不可欠である．

４．デカーラ搭載技術

４．１　リアルタイムデカーラ技術

従来のカール調整フローでは，Fig.3 のように，大量通紙中の用紙ロット差，用紙保管条件の差（用紙水分量の差），通紙経路切換による通紙中のカール変化が起きた際には，JOB を止めて再度カール調整を行う必要があり，再調整に約５分程度のダウンタイムがある．

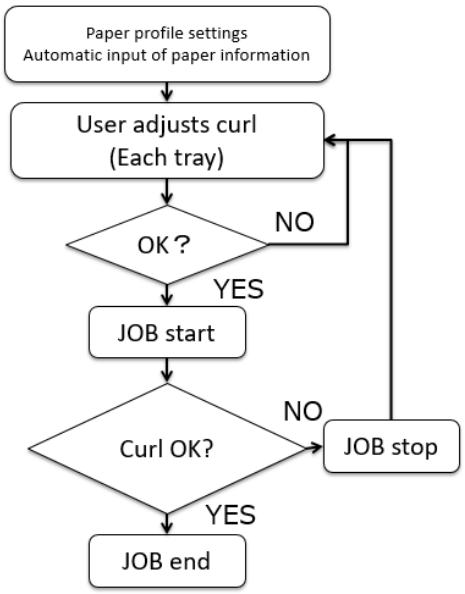
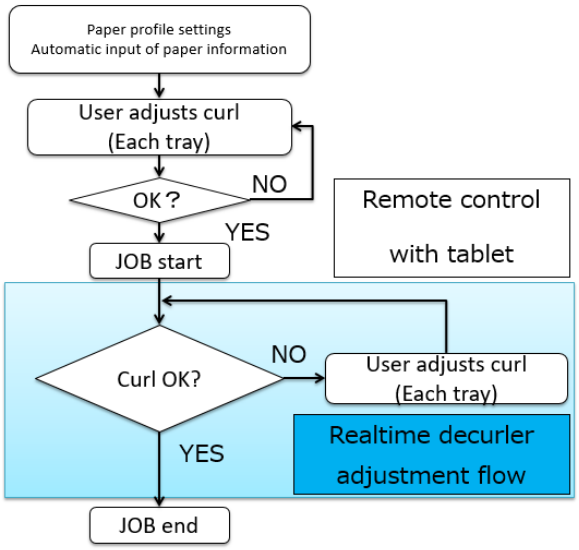


Fig.3 Curl adjustment flow

RU518 では，ユーザーのダウンタイム低減を達成する為に，Fig.4 のようなリアルタイムデカーラ技術を採用した．また，タブレットでの遠隔操作により，ユーザーが通紙中に，フィニッシャー排紙トレイで用紙カール量を確認しながら搬送用紙をリアルタイムに調整が可能とした．

前記カールの要因となる様々な条件に合わせて，ユーザーが経験則で決定していたカール調整値が，簡単に調整する事ができ，スキルレス化を実現し，リアルタイムデカーラ技術により，ダウンタイムゼロを達成した．

Fig.4 Realtime decurler adjustment flow



４．２　カール矯正能力の拡大

最終的な成果物の品位向上，ユーザーの操作性向上の為には，ユーザーの入力したカール調整値に対して，直感的に適正な調整値が決められるように，様々な通紙条件で同じカール調整量にする必要がある．その為には，現状２つの課題がある．

１．薄紙のカール矯正可能量が小さい．

２．厚紙での調整分解能が粗く，狙いのカール量に調整する事が難しい．

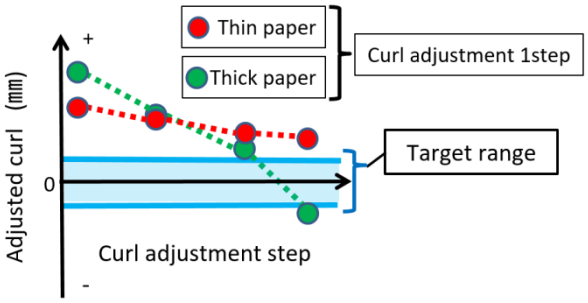


Fig.5 Current issues in curl adjustment

４．２．１　カール矯正能力目標

前述２つの課題に対して、次のように目標を設定する．

１．薄紙のカール調整可能量を 20mm 以上とする．

【カール調整可能量】＝【調整前カール量】－【調整後カール量】（Fig.6）

カール量は，測定したカール高さの四隅平均値とする．

２．厚紙・薄紙によらず，カール調整値 1STEP 毎のカール調整量を同じに設定し、厚紙～薄紙までのカールを調整可能とする．

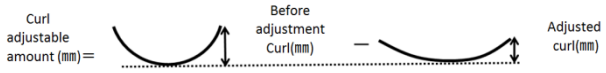


Fig.6　Explanation of curl adjustable amount

４．２．２　仮説と検証

曲げ応力を与える事で、用紙の変形量をコントロールする為に，Fig. 7 の様に【押込み軸】と【ベルト】の間に用紙を通す機構を選定した．

本機構では押込み軸の押込み量を変える事で，用紙に与える曲げ応力を可変にし、カール矯正を行う．

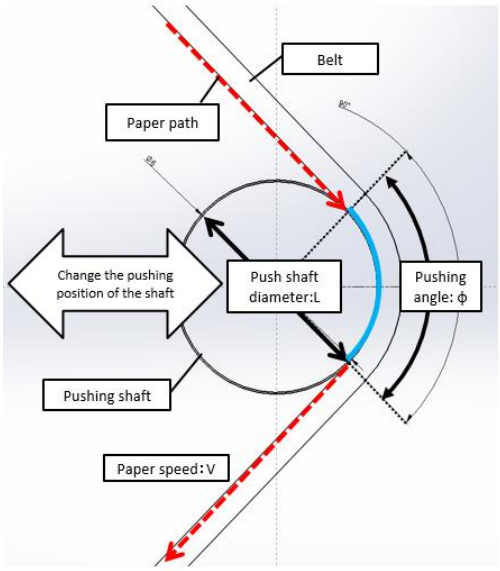


Fig.7 Decurler unit model

押込み軸径を小さくし，押込み角度を増やす事で，曲げ応力が増加し，カール調整可能量は Fig. 8 のように向上する事が確認できた．

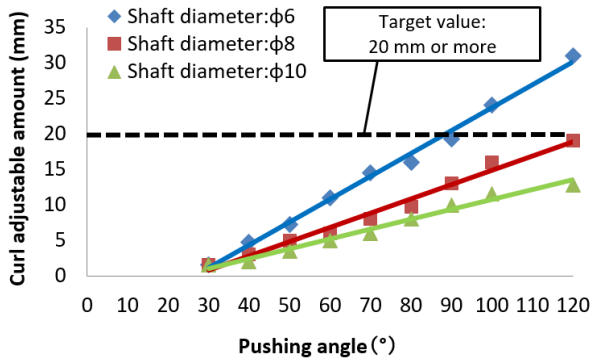


Fig.8 Experimental result of push-in shaft diameter small diameter and pushing angle

次に厚紙・薄紙によらず，設定したカール調整値で，一定のカール調整可能量とする為に，仮設を立てる．

Fig. 8 の比例関係より，
カール調整可能量 y は，定数a, bと押込み角度xの以下の式で表される．

$$y = ax + b \tag{1}$$

押込み角度xは，用紙に与える応力付与時間を可変にする事になる為，押込み軸径L，押込み角度φ，用紙搬送速度Vの以下の式で表される．

$$x = (L\pi \times \varphi/360)/V \tag{2}$$

押込み軸径Lと用紙搬送速度Vは，メカ構成制約と生産性確保の為，固定値となり，押込み角度φ可変により，応力付与時間xを決定する．

曲げ応力σの関係式より，曲げモーメントMと，断面係数Zは以下の式で表される．

$$\sigma = M/Z \tag{3}$$
$$Z = bh^2/6 \tag{4}$$

曲げモーメントMは，曲げ剛性（剛度）でヤング率E，断面二次モーメントI で以下の式で表される．

$$M = EI \tag{5}$$
$$I = b\,h^3/12 \tag{6}$$

式(3)～(6)より，

$$\sigma = EI/Z = Eh/2 \tag{7}$$

よって， 曲げ応力σは， E：ヤング率（縦弾性係数）h：紙厚の関係式で表される．

$$a = Eh \tag{8}$$

式(1) (2) (8)より，カール調整可能量 yは以下の式で表される．

$$y = Eh \times (L\pi \times \varphi/360)/V + b \tag{9}$$
$$y/Eh = (L\pi \times \varphi/360)/V + b \tag{10}$$

bは，RU518 搬送経路の曲率により決定される．

仮説の確認の為，様々な用紙でデータ取りを行ったところ，Fig. 9 のように用紙条件により，グラフの傾きが異なる事がわかった．

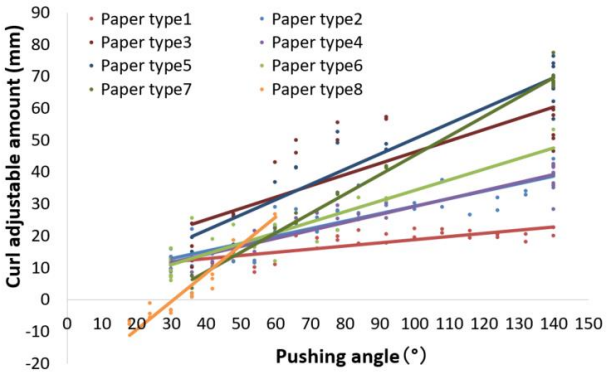


Fig.9 Paper type experiment data of pushing angle and curl adjustable amount

ここでFig.9の縦軸:カール調整可能量 を各用紙の E:ヤング率 と h:紙厚で割ると,用紙条件によらず,グラフの傾きが同じになる.

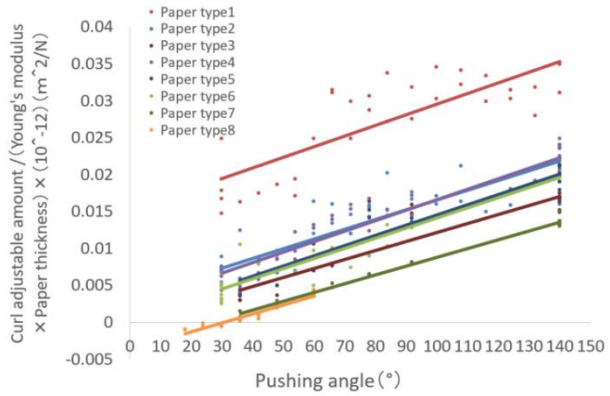


Fig.10 Analyze curl adjustable amount using Young's modulus and paper thickness of each paper type

上記,用紙物性値 E:ヤング率, h:紙厚の関係性を利用し,厚紙～薄紙の押込み角度を決定した.そして,カール調整値に反映した.

４．２．３ 効果確認

薄紙のカール調整可能量:20mm 以上を達成し,前任機より、格段に性能が向上し,カール矯正能力の拡大を達成した.(Fig.11)

各用紙物性値より,厚紙～薄紙の押込み角度を決定し,カール調整値の設定値に反映する事で厚紙・薄紙によらず,カール調整値 1STEP 毎のカール調整量を同じに設定でき,厚紙～薄紙までのカールを調整可能となった.(Fig.12)

ユーザーの入力したカール調整値に対して, 様々な用紙条件で同じカール調整量に調整可能となり,ユーザー操作性を向上できた.

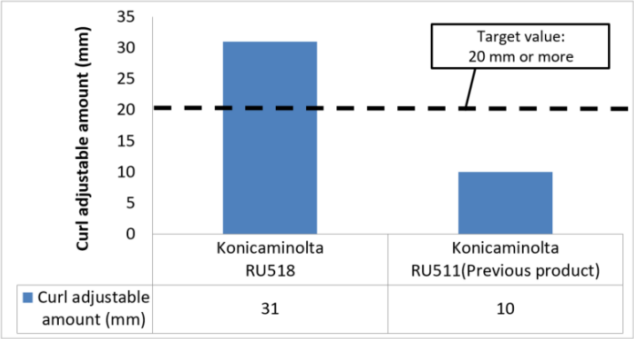


Fig.11 Compare curl adjustable amount of thin paper

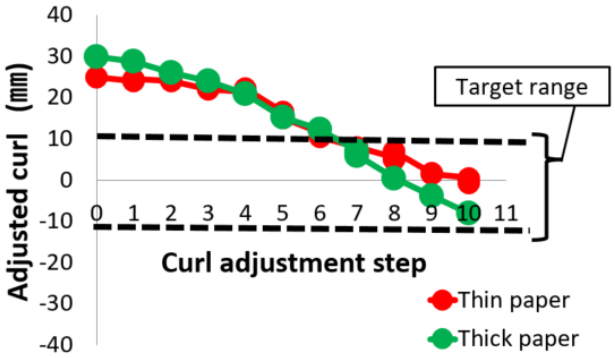


Fig.12 Curl adjustment result of thick paper and thin paper

５．まとめ

RU518デカーラシステムでは, JOB中にタブレットによる遠隔操作と,リアルタイムにカール調整を可能とすることでスキルレス化・ダウンタイムゼロを達成した.

また押込み軸の小径化・押込み角度を増やす事で薄紙でのカール矯正能力を格段に向上し,カール矯正能力を拡大した.

実験結果より導き出した仮説式により,用紙物性値の関係性を示し,その関係性をカール調整値に反映した.それらにより, 厚紙・薄紙によらず,カール調整値 1STEP 毎のカール調整量を同じに設定でき,ユーザー操作性を向上した.

よって,RU518デカーラは, ダウンタイム低減・成果物の品位向上の顧客価値を向上することができた.

1:00 PM - 4:00 PM (Thu. Jun 21, 2018 1:00 PM - 4:00 PM Reception Hall)

[INP-27f] A Study on Calotype in the Dawn of Japanese Photography II - The Translated Book of Calotype Tecnique in Shimazu Historical Materials -

*Chihoko ANDO[1], Masashi IWASAKI[1] （1. Kyoto Institute of Technology）

一般セッション(ショート講演) | インタラクティブセッション

[PS] インタラクティブセッション ポスター発表
Interactive Session. Poster Presentation

2018年6月21日(木) 13:00 〜 16:00 レセプションホール (けやき会館 三階)

[INP-28i] 微小液滴衝突形状解析による高時間分解動的界面張力測定
Measurement of Dynamic Interfacial Tension with High Time Resolution by Shape Analysis of Collided Microdroplets

*山岡 夏樹[1]、横田 涼輔[1]、平野 太一[1]、美谷 周二朗[1]、酒井　啓司[1] （1. 東京大学）
*Natsuki Yamaoka[1], Ryohsuke Yokota[1], Taichi Hirano[1], Shujiro Mitani[1], Keiji Sakai[1] （1. The University of Tokyo）

液体の動的界面張力を数 msより速い高速な時間領域で測定する手法の開発に成功した．溶け合わない2つの微小液滴が空中で衝突した後の平衡形状は，表面張力・界面張力比と各液体の体積によって決まり，不完全濡れの条件を満たす2液体ではダルマ型となる．このダルマ型液滴の形状をストロボ撮影法によって高時間分解能解析することで，界面活性剤吸着に伴って高速で変化する動的界面張力を測定することができる．本研究では，水または様々な濃度での界面活性剤(SDS，SDBS)水溶液とヘキサデカンの系において，動的界面張力を測定した．

微小液滴衝突形状解析による高時間分解動的界面張力測定

山岡　夏樹*，横田　涼輔*，平野　太一*，美谷　周二朗*，酒井　啓司*

*東京大学　生産技術研究所

Measurement of Dynamic Interfacial Tension with High Time Resolution by Shape Analysis of Collided Microdroplets

Natsuki Yamaoka*, Ryohsuke Yokota*, Taichi Hirano*, Shujiro Mitani*, and Keiji Sakai*

*Institute of Industrial Science, The University of Tokyo.

We developed a method for measurement of dynamic interfacial tension in the high-speed time range. When two immiscible microdroplets collide in midair, two droplets satisfying incomplete wetting condition will make a Daruma-shape. The shape is determined by only the ratio of surface and interfacial tension and the volume of each droplet before collision. We use a stroboscopic method for analyzing the Daruma-shape droplets with high time resolution so that the high-speed change of the interfacial tension by progress of surfactants adsorption can be observed. In this work, the measurement of dynamic interfacial tension of water or surfactant (SDS, SDBS) aqueous solutions with various concentration and hexadecane were successfully carried out.

１．前書き

インクジェットは，10 μm オーダーの微小液滴を高い再現性にて毎秒数万個もの大量生産を可能とする技術である．このインクジェット技術は既にプリンターに用いられているが，それ以外にも，複数の微小液滴を空中で衝突させることで同じサイズ・機能を持つ機能性微小液滴を大量に製造できるため，人工細胞や薬剤などの医療分野をはじめ様々な分野への応用が期待されている．

機能性微小液滴の製造を精密に制御するには，液体の物性パラメータの正確な値を知ることが必要である．スケールが非常に小さい場合には，物性パラメータの中でも特に表面張力・界面張力が支配的になる．さらに界面活性剤水溶液微小液滴の射出・衝突においては 1 ms 以下の時間領域で表面・界面の状態が変化するため，そのような非常に高速な時間領域における動的表面張力・界面張力を測定しなければならない．

高速な時間領域における動的表面張力に関しては，近年，石綿ら[1]や浅井ら[2]によってインクジェットを用いた飛翔液滴振動法(DOF 法)という測定法が開発され，測定が可能になった．一方，動的界面張力を測定する方法は現在ほとんど存在せず，測定されても 1 s より遅い時間領域を対象にしていることが多い[3,4]．そのため，1 ms より高速かつ様々な液体に適用することのできる新たな動的界面張力測定法を開発することが急務であった．

＊〒153-8505 東京都目黒区駒場 4-6-1
＊4-6-1 Komaba, Meguro-ku, Tokyo, 153-8505, Japan
e-mail: yama6326@iis.u-tokyo.ac.jp

そこで本研究では，溶け合わず不完全濡れ条件を満たす 2 つのインクジェット液滴を空中で衝突させることでダルマ型の異方性液滴を作成し，その平衡形状の時間変化を観察するという手法により，数 100 μs ~ 数 ms 程度の時間領域における動的表面張力・界面張力の測定を可能にした．この測定法は，山田ら[5]が開発した静的表面張力・界面張力測定法を大きく改良したものである．

本論文では，この新たな測定法の測定原理と，実際にこの測定法を用いて水－ヘキサデカン系及び界面活性剤(SDS, SDBS)水溶液－ヘキサデカン系の動的表面張力・界面張力を測定した結果とその考察について述べる．

２．測定原理

微小液滴は，半径が 10 μm オーダーであれば重力の効果を無視できる．このため空中では，不完全濡れダルマ型液滴の平衡形状は 2 つの液体の表面張力・界面張力比と衝突前の各体積によって完全に記述できる．逆に，平衡表面形状の相似形と衝突前体積比がわかれば，2 つの液体の表面張力・界面張力比を算出することができる．以下に，その算出法を簡単に示す．

溶け合わない 2 つの液滴を水と油とすると，不完全濡れの条件下では，水・油・空気の三相界面において Neumann の三角形という表面張力・界面張力ベクトルの釣り合いの式(1)が成り立つ．

$$\boldsymbol{\sigma}_{\mathrm{w}} + \boldsymbol{\sigma}_{\mathrm{o}} + \boldsymbol{\sigma}_{\mathrm{i}} = 0 \qquad (1)$$

ここで，添え字の w, o, i はそれぞれ水(水溶液)，油，界面を表している．重力の無視と力の釣り合いを踏まえてダルマ型液滴の断面図を作図した例を Fig. 1 に示す．ただし，V は衝突前の各体積を表している．

Fig. 1 の Neumann の三角形に正弦定理を用いると，次の式が得られ，表面張力・界面張力比を角度から求められるようになる．

$$\sigma_w : \sigma_o : \sigma_i = \sin(\alpha+\beta) : \sin\beta : \sin\alpha \quad (2)$$

測定では$R_w : R_o : L$及び$V_w : V_o$という 2 種類の比のみが得られるとして，α及びβを計算する．まず，Fig. 1 における△PO_wO_oに余弦定理を用いると，次の式(3)が得られ，αが導出される．

$$\cos\alpha = \frac{R_w^2 + R_o^2 - (L - R_w - R_o)^2}{2R_wR_o} \quad (3)$$

また，同様に△PO_wO_oから明らかに次の式(4)が成り立ち，δが得られる．

$$R_w \sin\delta = R_o \sin(\delta - \alpha) \quad (4)$$

Fig. 1 から各体積V_w，V_oを求めてその比を計算すると，次の式(5)が得られる．

$$\frac{V_o}{V_w} = \frac{f(\delta-\alpha) - f(\delta+\beta)}{f(\pi-\delta) + f(\delta+\beta)} \quad (5)$$

ただし，この式(5)において，

$$f(\theta) = \frac{2 + 3\cos\theta - \cos^3\theta}{\sin^3\theta} \quad (6)$$

である．式(5)は角度β以外の全てが判明しているので，この式からβを計算することができる．以上の計算からα及びβを導出し，式(2)から表面張力・界面張力比$\sigma_w : \sigma_o : \sigma_i$を求めることができる．

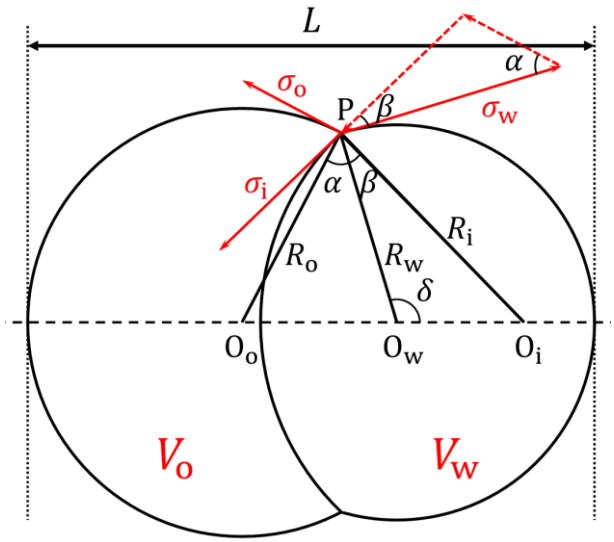


Fig.1 The equilibrium shape of a Daruma-shape droplet.

3．測定手法

2 つの連続型インクジェット[6]を用いて，それぞれ水と油の微小液滴を作成し，空中で衝突させ，その液滴形状を撮影した．

インクジェットノズルには先端内径 30 μm のガラス管を用い，飛翔速度が水液滴と油液滴で同程度になるように調整した圧力をかけることで液体を押し出し，ピエゾ素子によって 50 kHz 程度の圧力変調を加えることで液滴に分裂させる．ピエゾ素子の周波数は水と油で常に同じにしている．撮影の光源として用いるストロボの周波数は，時間分解能が 0.4 μs 程度になるように設定した．

測定に用いる試料として，水－ヘキサデカン系及び界面活性剤水溶液－ヘキサデカン系を採用した．実際に使用した界面活性剤水溶液は，SDS(ドデシル硫酸ナトリウム)aq(20 mM，100 mM)及び SDBS(ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム)aq(5 mM，10 mM，20 mM，50 mM)である．これら各試料の平衡表面張力を吊り板法(Wilhelmy method)で測定した結果と，界面活性剤水溶液の臨界ミセル濃度(CMC)の文献値，水－ヘキサデカン系の平衡界面張力の文献値及びリング法で測定した界面活性剤水溶液－ヘキサデカン系の平衡界面張力を Table 1 に示す．

吊り板法によって，界面活性剤水溶液表面とヘキサデカン表面が接触しても、ヘキサデカン表面張力は常に一定であることを確認した．そのため，本研究では解析で得られた表面張力・界面張力比に Table 1 に記載したヘキサデカン表面張力を乗算すると絶対値が得られる．

撮影した画像の一例として，Fig. 2 に水液滴とヘキサデカン液滴が衝突した瞬間の画像を示す．Fig. 2 のような衝突した直後の振動は衝突後 200 μs 程度で収まっていたので，その後の画像から解析を行った．なお，衝突前液滴の飛翔速度と液滴径はそれぞれ，8 m/s と 30 μm 程度であった．各実験でのこれらの値は早川ら[9]が開発した光散乱法を用いて測定した．この測定法の液滴径精度は 0.3%程度であり，かつ瞬時に測定できるため，各実験における液滴画像撮影の前後で液滴径解析を行い，液滴径が実験中一定であることを確認した．

Table 1 Surface tension of water, surfactant aqueous solutions and hexadecane (measured by Wilhelmy method), interfacial tension of water – hexadecane system (literature values) and surfactant aqueous solutions – hexadecane system (measured by ring method) and CMC of surfactant aqueous solutions (literature values) at 25 ˚C

sample	surface/interfacial tension [mN/m]	CMC [mM]
water	71.9	
SDSaq	35.7	8.16 [8]
SDBSaq	32.0	~ 1
hexadecane	27.6	
water – hexadecane	53.3 [7]	
SDSaq – hexadecane	6.94	
SDBSaq – hexadecane	6.16	

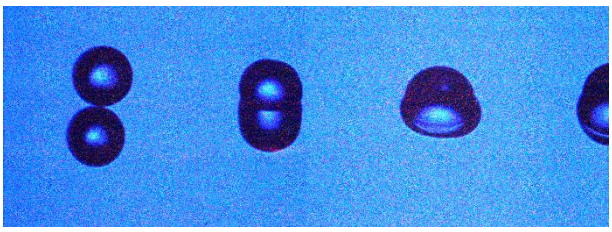


Fig.2 The image of collision of water and hexadecane droplets. The upper droplet is water and the lower is hexadecane.

４．測定結果

開発した測定法の精度を確認するため，水－ヘキサデカン系の測定を行った．衝突後の経過時間に対する表面張力・界面張力比の解析結果を Fig.3 に示す．図中の２本の横線は Table 1 の値を用いた平衡時の表面張力・界面張力比を表している．このグラフのみ，山田ら[5]との比較が容易になるよう水表面張力を分母としている．また，右側の軸は表面張力・界面張力比に吊り板法で測定した水表面張力値を乗算して絶対値化した値を表している．測定結果が平衡値と近く，かつ経時変化しないはずの表面張力・界面張力に対して実際に時間依存性が見られないことから，本研究で開発された測定法の精度が高いことが示された．

次に，動的表面張力・界面張力が変化する系の典型的な試料である，SDSaq(20 mM, 100 mM)－ヘキサデカン系の測定を行った．衝突後の経過時間に対する表面張力・界面張力比の解析結果を Fig.4, 5 に示す．絶対値を計算するためにヘキサデカン表面張力を分母にした以外は Fig.3 と同様の構成であるが，経時変化の詳細を見るために表面張力・界面張力でグラフを分けている．表面張力・界面張力ともに時間経過に伴い緩やかに減少しているので，本測定法で動的測定ができていることがわかる．

動的測定の精度を検証するため，浜口ら[10]の DOF 法の測定結果や浅井ら[11]のシミュレーション結果と本研究の測定結果を比較したグラフを Fig.6 に示す．横軸は射出後の経過時間であり，本実験では射出から衝突まで約 200 μs であったので，本測定結果に全て 200 μs を加算することで他と比較している．Fig.6 から，DOF 法の測定結果と滑らかにつながり，シミュレーション結果とも良く一致していることがわかる．よって，本測定法での動的表面張力測定の精度は非常に高いことがわかり，同じデータから計算される動的界面張力測定の精度も高いと予想される．

SDSaq の実験で濃度によって表面張力・界面張力の減少速度に差が見られたので，これが有意か否かを確認するため，SDSaq よりも表面張力減少が遅いことが知られている SDBSaq(5 mM, 10 mM, 20 mM, 50 mM)を用いた測定を行った．衝突後の経過時間に対する表面張力・界面張力比の解析結果を Fig.7, 8 に示す．グラフを見ると，高濃度になるほど表面張力・界面張力の減少が速くなっているが，20 mM と 50 mM では大きな差異は見られない．ただし，これら全ての濃度は CMC 以上であるから，平衡値は同一である．この傾向は，様々な濃度で SDSaq の動的表面張力測定を行った本田ら[12]の結果と一致している．また，表面張力よりも界面張力の方が同じ経過時間でも減少量が多い．

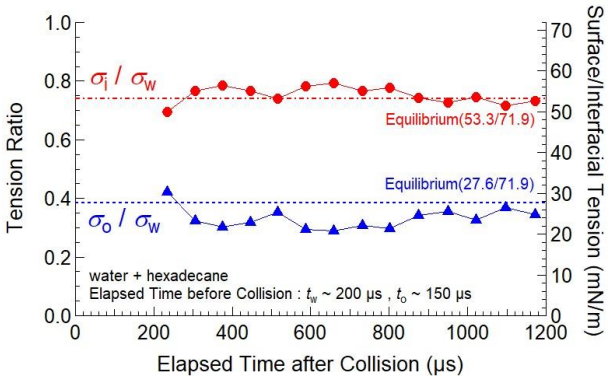


Fig.3 Dynamic surface and interfacial tension of water - hexadecane system.

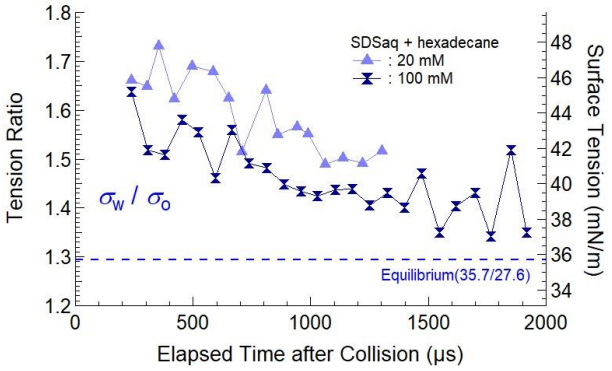


Fig.4 Dynamic surface tension of SDSaq (20 mM, 100 mM) - hexadecane system.

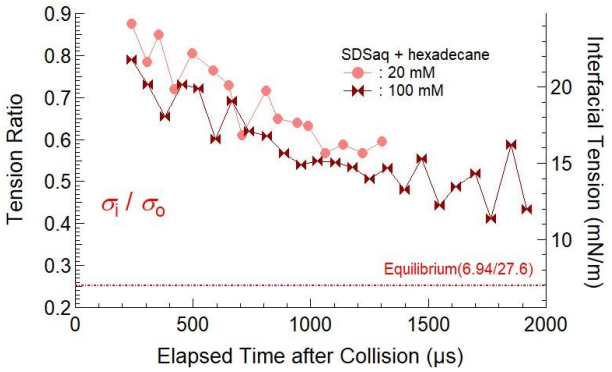


Fig.5 Dynamic interfacial tension of SDSaq (20 mM, 100 mM) - hexadecane system.

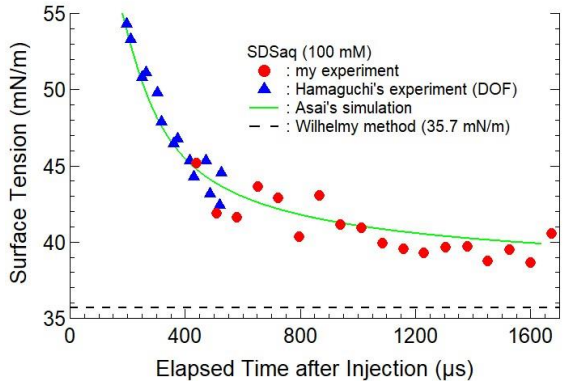


Fig.6 Dynamic surface tension of SDSaq (100 mM) measured by DOF method [10] and this method and simulated one [11].

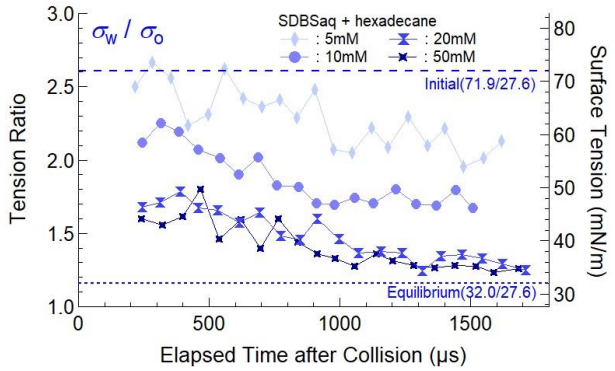


Fig.7 Dynamic surface tension of SDBSaq (5 mM, 10 mM, 20 mM, 50 mM) - hexadecane system.

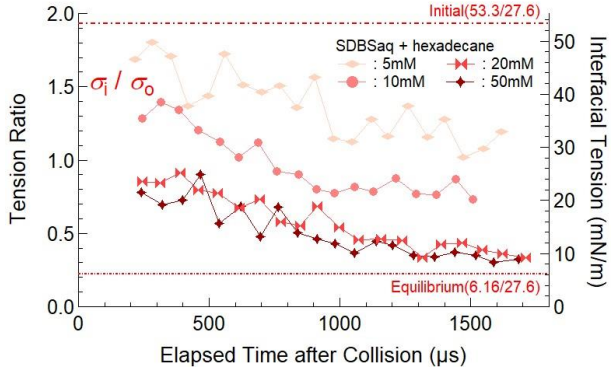


Fig.8 Dynamic interfacial tension of SDBSaq (5 mM, 10 mM, 20 mM, 50 mM) - hexadecane system.

５．結論

飛翔液滴形状解析という非常に高速な動的表面張力・界面張力測定法を開発し，水ーヘキサデカン系で精度や手法の妥当性を確認し， SDSaqーヘキサデカン系での動的表面張力が他の測定法やシミュレーションの結果と非常に良く一致することを確認した．さらに，様々な濃度での SDBSaqーヘキサデカン系の測定を行い，濃度による差を検証した．界面活性剤濃度による表面張力・界面張力減少速度の僅かな差異も明らかに検出できており，また，衝突後 200 μs 程度までは振動のため測定できないが，それ以降は射出後 2 ms 程度までであれば高精度で測定可能であり，界面活性剤吸着現象などへの本測定法の有用性が示された．

参考文献

1) Tomoki Ishiwata, and Keiji Sakai, “Dynamic surface tension measurement with temporal resolution on microsecond scale”, Applied Physics Express, vol.7, pp.077301 1-4 (2014).

2) Ryo Asai, Ryohsuke Yokota, Daichi Hayakawa, Shujiro Mitani, and Keiji Sakai, “Wide time range measurement of dynamic surface tension with inkjet system”, IEICE Technical Report, vol.116, no.419, pp.219-222 (2017) [in Japanese].

3) R. Nagarajan, and D. T. Wasan, “Measurement of Dynamic Interfacial Tension by an Expanding Drop Tensiometer”, Journal of Colloid and Interface Science, **159**, pp.164-173 (1993).

4) Libero Liggieri, Francesca Ravera, and Alberto Passerone, “Dynamic Interfacial Tension Measurements by a Capillary Pressure Method”, Journal of Colloid and Interface Science, **169**, pp.226-237 (1995).

5) Tatsuya Yamada, and Keiji Sakai, “Observation of ultra-fast wetting behavior of immiscible liquid droplets”, IEICE Technical Report, vol.111, no.158, pp.97-100 (2011) [in Japanese].

6) Atsushi Takeuchi, Tatsuya Yamada, and Keiji Sakai, “Liquid Jet Breakup by High-Frequency Pressure Modulation”, Japanese Journal of Applied Physics, vol.49, pp.07HB12 1-4 (2010).

7) R. Aveyard, and D. A. Haydon, “Thermodynamic Properties of Aliphatic Hydrocarbon/Water Interfaces”, Transactions of the Faraday Society, **61**, pp.2255-2261 (1965).

8) Yoshikiyo Moroi, Nagamune Nishikido, Hiromoto Uehara, and Ryohei Matsuura, “An interrelationship between heat of micelle formation and critical micelle concentration”, Journal of Colloid Interface Science, **50**, pp.254-264 (1975).

9) Daichi Hayakawa, Toko Hamaguchi, Yuji Shimokawa, Shujiro Mitani, and Keiji Sakai, “Observation of Light Scattering Pattern of Airborne Microdroplets”, IEICE Technical Report, vol.115, no.423, pp.7-11 (2016) [in Japanese].

10) Touko Hamaguchi, Yuji Shimokawa, Shujiro Mitani, and Keiji Sakai, “Measurement of Dynamic Surface Tension with Observation of Oscillation of Flying Micro-droplets”, IEICE Technical Report, vol.114, no.422, pp.5-8 (2015) [in Japanese].

11) Ryo Asai, Ryohsuke Yokota, Daichi Hayakawa, Shujiro Mitani, and Keiji Sakai, “Molecular adsorption process of surfactant aqueous solution”, IEICE Technical Report, vol.117, no.155, pp.11-15 (2017) [in Japanese].

12) Akihiro Honda, Tomoki Ishiwata, and Keiji Sakai, “Measurement of dynamic surface tension by microdroplet oscillation method”, Extended abstracts: The 61th JSAP Spring Meeting, The Japan Society of Applied Physics (2014), p.12-110.