

論 文

電界法に基づく粒子個々の付着力測定装置の開発

内 田 博 樹*, 和 田 達 明*,¹, 竹 内 学*

(2003年4月4日受付; 2003年6月3日受理)

The Development of the Adhesion Force Measurement Apparatus
for Individual Particle Based on Electric Field MethodHiroki UCHIDA,^{*} Tatsuaki WADA^{*,1} and Manabu TAKEUCHI^{*}

(Received April 4, 2003; Accepted June 3, 2003)

We have developed the apparatus to measure the adhesion force of individual small particle by utilizing electric field between the small electrodes. When the electrostatic force acting on an electroconductive particle is stronger than the adhesion force of the particle on the bottom electrode, the particle begins to jump toward the top electrode. The adhesion state before and after the jumping of a particle is observed with the CCD camera set horizontally to the electrodes. We have determined the measurement conditions that should be satisfied in order to measure the adhesion force distributions with sufficient accuracy.

1. はじめに

電子写真プロセスでは、トナー粒子を付着・脱離させて画像を形成するため、トナー粒子の付着力は電子写真的画像品質を決める重要な要因の一つである。付着力は主に静電気力、ファンデルワールス力、液架橋力からなる。電子写真技術は静電気力による制御で成立する技術であるため、非静電気的力はその制御を阻害する原因となる。非静電気的力であるファンデルワールス力は物質に固有の力であり、液架橋力は物質および周囲の環境から決まる、ともに制御の困難な力である。このため、非静電気的力の大きさを測定することが、静電気的制御には有用である。

従来、粒子の付着力測定法として用いられてきた方法に遠心法¹⁾や電界法²⁻⁵⁾がある。遠心法とは、粒子が飛翔した瞬間の遠心力から付着力を測定する方法で、検出方法は光学系での観測による。電界法は粒子が飛翔したときの電圧から付着力を求める方法で、検出方法としては、トナーの飛翔を電流で感知するタイプ^{2,3)}とレーザーの反射で検出するタイプ⁴⁾がある。これらの方法は全て、基板上に付着させた粒子群の平均的な付着力を求める方法である。このような粒子群全体を測定する方法では個々の粒子に対する付着力のばらつきの原因を探ることは非常に困難である。

キーワード: 導電性粒子、電界法、付着力測定

* 茨城大学工学部電気電子工学科 (316-8511 日立市
中成沢町 4-12-1)Department of Electrical and Electronic Engineering,
Faculty of Engineering, Ibaraki University, 4-12-1,
Nakanarusawa, Hitachi, Ibaraki 316-8511, Japan¹ wada@ee.ibaraki.ac.jp

遠心法では遠心力を、電界法は印加電圧を細かく階級分けすることで付着力分布を求める方法⁵⁾もあるが、粒子個々の付着力ではなく、あくまで粒子群の付着力を測定する方法である。

粒子個々の付着力を測定する方法としては、原子間力顕微鏡を用いた方法^{4,6)}がある。カンチレバーに粒子を接着し、基板から引き離すときの力から付着力を求める。また、電界法の基板に透明電極を用い、基板に対し鉛直方向から直接観測することで粒子個々の付着力を求める方法⁷⁾もある。

本研究では、微小極板を用いた電界法に基づき、個々の粒子の付着力を測定する装置を新たに開発した。基板に対して水平方向から観察することで、粒子飛翔前後の個々の粒子と基板の付着状態を観察できる。また付着力のばらつきを調べるために、付着力分布を求める際に必要な本装置の測定条件を確定した。

2. 電界法の原理

図1のように、下側の平板電極上に導電性粒子を付着させる。上側電極(球状)に電圧を加えて粒子に電界を印加すると、粒子に電荷が誘起され、電界による静電気力 F_e が生じる。印加電圧 $V(t)$ を一定速度で増加させると、静電気力も増加する。粒子に働く静電気力が粒子の平板電極への付着力より大きくなつたとき、粒子は飛翔する。このしきい値電圧 V_h から粒子の付着力を算出する。

$$F_e \geq F_a + F_g \quad (1)$$

簡単のため、粒子及び電極は完全導体と仮定し、粒子と下

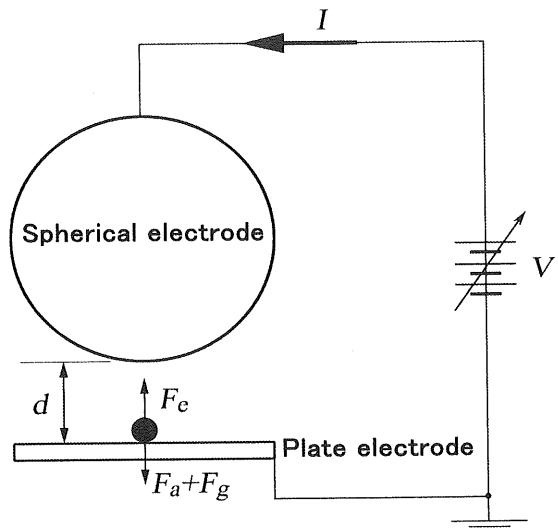


図 1 微小極板電界法の原理

Fig. 1 The electric field method.

側の平板電極の間には影像力が働くないものとする。粒子の付着力は重力 F_g とそれ以外の力であるファンデルワールス力及び液架橋力等の合成功 F_a から成る。

時刻 t における粒子の帶電量を $Q(t)$ 、電界の大きさを $E(t)$ とすれば、静電気力 $F_e(t)$ は、

$$F_e(t) = Q(t)E(t) \quad (2)$$

となる。半径 r の粒子に入り込む電束線が粒子から十分離れた空間で通過する領域の面積 S は

$$S = 1.65 \times 4\pi r^2 \quad (3)$$

で与えられる⁸⁾。ここで粒子の帶電量は、粒子に入り込む電束線の本数に等しいので、粒子の帶電量は次式で求められる。

$$Q(t) = \epsilon_0 S E(t) \quad (4)$$

球電極の径が電極間ギャップ d に比較して十分に大きく、測定範囲では平板と見なせる状態では、電界は

$$E(t) = \frac{V(t)}{d} \quad (5)$$

と見積もれるので、粒子の帶電量は次のようにになる。

$$Q(t) = \frac{1.65 \times 4\pi r^2 \epsilon_0 V(t)}{d} \quad (6)$$

したがって、粒子に作用する静電気力は、しきい値電圧 V_{th} から求めることができる。

$$F_e = \frac{1.65 \times 4\pi r^2 \epsilon_0 V_{th}^2}{d^2} \quad (7)$$

ところで、粒子の密度を ρ 、半径を r 、重力加速度を g とすれば、粒子に働く重力は次式で与えられる。

$$F_g = \frac{4\pi r^3 \rho g}{3} \quad (8)$$

本研究で用いた粒子(平均粒径 32μm、粒子密度 1.1g/cm³)に対しては、重力は 10⁻¹³N、静電気力は 10⁻⁸N 程度のオーダーなので重力は十分無視出来て、式(7)から付着力 F_a を見積もる事が出来る。

3. 実験装置の構成

開発した測定装置の構成図を図 2 に示す。電極部、光学顕微鏡、CCD カメラ、電圧増幅器、コンピュータで構成されている。コンピュータ上の D/A ボードで極板間に印加する電圧の発生及び制御を行い、キャプチャーボードでカメラの画像取り込みを行っている。D/A ボードで発生した電圧は電圧増幅器を介し電極間に印加される。この極板間を水平方向から光学的に観測する。電極間画像はレンズで拡大し、CCD カメラで撮影した画像をコンピュータに取り込む。印加電圧を一定速度で増加させながら、粒子を CCD カメラで直接観察することで、粒子が飛翔したときの電圧を特定する。CCD カメラ用いたレンズは開口数 0.42、分解能 0.7μm の明視野観察用である。印加電圧は 0~150V の範囲で、昇電圧速度は 1ms 間隔で 0.3mV 刻みを最小単位として、階段状に上昇させることが可能である(以後 0.3 mV/1ms と表記)。粒子を球電極の直下に移動させるために下側平板電極の位置制御を、X-Y ステージとチルト補正ステージを用いて行った。上側球状電極に Z 軸ステージ、Z 方向の圧電アクチュエータ(変位量約 30μm)を用いて電極間距離(60~100μm)の制御を行った。カメラ部分の位置制御はカメラを取り付けている X-Y ステージ、チルト補正ステージで行った。

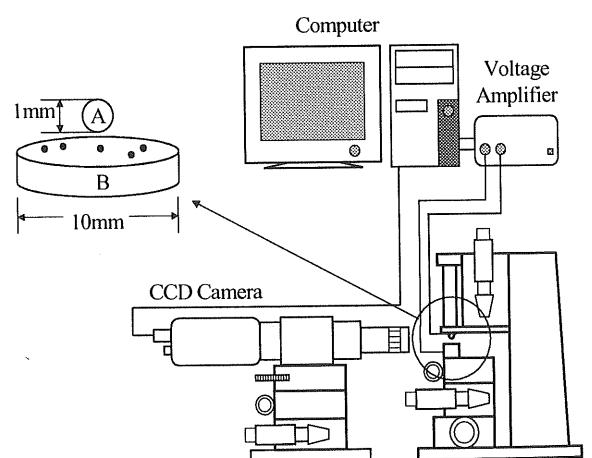


図 2 装置の構成図

Fig. 2 The schematics of the developed apparatus.

同図に電極部分の拡大図も併記した。下側平板電極(図中のB)は直径10mmのアルミ製の円柱を用いた。上球状電極(図中のA)は直径1mmのボールベアリングを使用されていた球を用いた。上側電極の形状を球にした理由は、平板電極では電極間の平行度を μm 精度に保つのが難しいことと、球と直下に移動させた粒子に電界を集中させ、周囲に付着している粒子の影響を除くためである。

4. 実験

4.1 粒子、基板状態

導電性粒子の付着力分布を測定した。測定試料として導電性球形高分子粒子(JCP-7、日本カーリット製)を用いた。これは架橋ポリメタクリル酸メチル(PMMA)を主成分とする混合物であり、PMMAにカーボンを加えることで導電性を確保している。その見かけの抵抗率は $10\Omega\cdot\text{cm}$ 、粒子密度は $1.1\text{g}/\text{cm}^3$ である。平均粒径は $32\mu\text{m}$ である。

測定対象物は粒子1個であるため、基板の部分的な導電性の変化も結果に影響を及ぼす。このため、極板は上下ともにパッチ酸化を防ぐ目的で、金パラジウムをスパッタした基板を用いた。使用したスパッタ装置はJEOL製のAUTOFINE COATER JFC-1600である。

4.2 測定画像

CCDカメラで取り込んだ粒子写真と対応する模式図を図3に示す。上側の黒い部分が上側球電極である。下側の平板電極が鏡面なので、粒子と上電極が下側平板電極に映りこんでいる(模式図のMirror images参照)。この画像から基板の位置、粒子の縦方向の粒径 h 、横方向の粒径 w 、極板間の距離 d を求める。粒径は縦横の粒径の平均を取ったものを採用している。図4に、図3の粒子に電界を印加して粒子が飛翔した後の写真を示す。この飛翔した瞬間の

しきい値電圧を測定することで、粒子1個の付着力を算出することができる。実際には粒子個々の付着力にはばらつきが存在するので、統計的な比較をする必要がある。そこで以下の実験で付着力分布を求める上で必要な実験条件を決めた。

4.3 昇電圧速度の決定

電圧の印加速度を変化させる実験を行った。付着力の分布を取るには測定粒子数を増やす必要があり、粒子1個の測定時間を短縮することが重要となる。ところで本測定原理では、付着力の算出は、粒子及び基板とともに完全導体であると仮定しているが、実際には完全導体ではない。測定粒子は低抵抗(みかけの抵抗率 $10\Omega\cdot\text{cm}$)だが、昇電圧速度が速ければ速いほど、粒子に対する電荷の注入速度が追いつかない可能性がある。このことから、電荷注入と電圧印加速度のつりあいが取れる条件を決定する必要がある。

図5に昇電圧速度を変化させた場合の粒子の付着力分布(測定粒子数約200個)を示す。昇電圧速度は90mV/1000ms、90mV/100ms及び90mV/10msの3種類変化させた。測定環境、粒子の保存環境は温度20°C相対湿度40%に保った。

結果の分布を見ると、90mV/100ms、90mV/1000msの場合には分布に大きな違いはない。それに対して、90mV/10msの場合はピークが強い方向にシフトしている。この違いは昇電圧速度が速すぎることによる電荷の充電の遅れに起因するものであると考えられる。また、測定者がカメラからの画像を目視によって粒子の飛翔を観測し、しきい値電圧を決定する。画像は1フレームあたり1/60秒の速度で描画が更新される。昇電圧速度が速ければ速いほど、それが発生する可能性が高い。このことも原因の一部だと考えられる。以上の結果から昇電圧速度は90mV/100msより遅ければ正確な測定ができると考えられる。

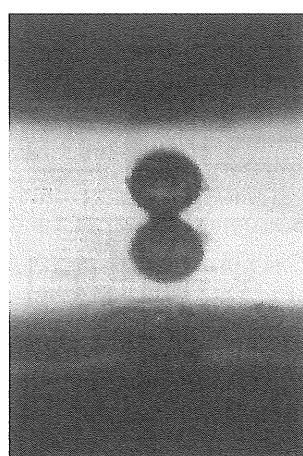


図3 飛翔前の粒子写真とその模式図

Fig. 3 The photograph of a particle attached on the bottom planer electrode and its schematic before particle jump.

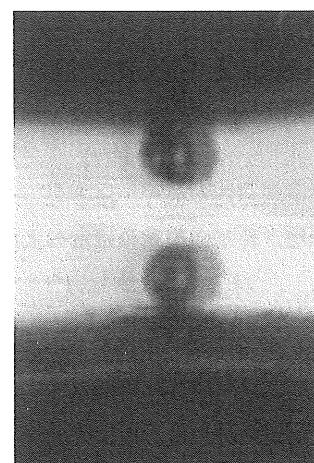


図4 粒子の飛翔後の写真

Fig. 4 The photograph of the particle attached on the top spherical electrode after the particle jump.

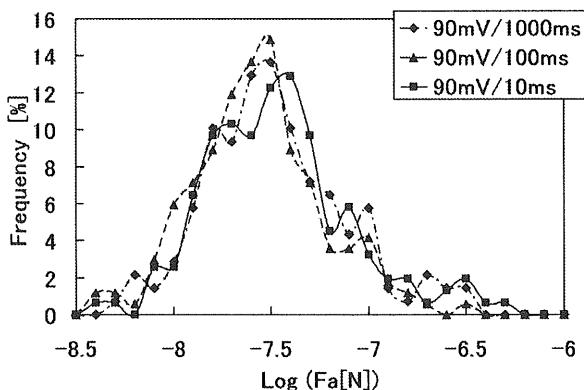


図 5 昇電圧速度の影響

Fig. 5 Influence of the ramp voltage rates on the adhesion force distribution.

よって、本研究における以降の実験はすべて 90mV/100ms の昇電圧速度で行った。ちなみに、この場合 1 個の測定に掛かる時間は約 1 分となる。

4.4 粒子付着後の経過時間の影響

粒子 1 個 1 個を測定していく本装置では、粒子群に対する測定法²⁻⁵⁾に比べると、サンプル数を増やすには測定時間が長くなってしまう。よって、基板に付着させてからの時間経過が付着力に及ぼす影響を調べた。測定時間経過の影響は主として吸湿による影響が大きいと仮定し、湿度を変化させ、時間経過に伴う付着力分布の変化を調べた。

測定環境は以下の 2 通りを行った。

- (a) 粒子の保存環境と測定環境が同一の 20°C・80%に保った場合
- (b) 密閉して保存した粒子を 20°C・80%において測定を行った場合

測定環境は吸湿の影響をより確認しやすくするため、高湿度の 20°C・80%に設定した。この環境は、恒温恒湿室で行い、装置全体がこの環境下に置かれている。(a) は、12 時間以上測定環境と同一環境下に粒子を保存し環境に慣らした。(b) の粒子保存では、プラスチック製の容器内に、特に制御を行わない状態で保存するもので、温度は室温、湿度は測定時期の外湿度 40%付近である。

これらの粒子を基板に付着後、測定を始めてから 2 時間以内、2 時間以上 4 時間以内、4 時間以上 6 時間以内の 3 段階に階級分けを行い、それぞれに対する付着力分布を測定し、比較を行った。

(a) に対する結果を図 6 に、(b) に対する結果を図 7 に示す。この結果から、粒子の測定前後を同一環境にした場合だと、時間経過に応じた変化は見られない。これに対し、密閉容器に保存しておいた粒子は、測定開始後から長く経過した時間帯の方が付着力が強くなることが確認できる。

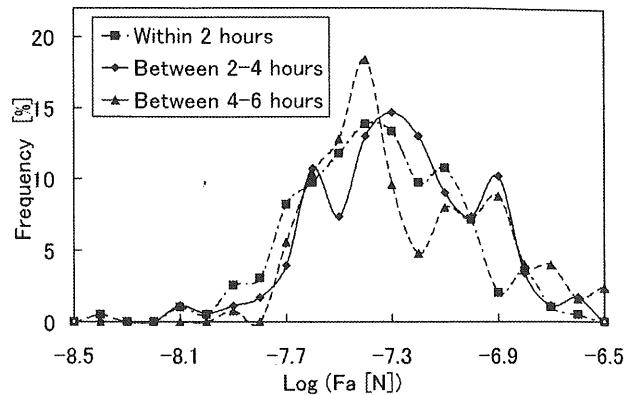


図 6 保存環境と測定環境が同じ場合の粒子の付着力分布

Fig. 6 The adhesion force distributions when the particles were preserved and measured in the same environment (20°C, 80%).

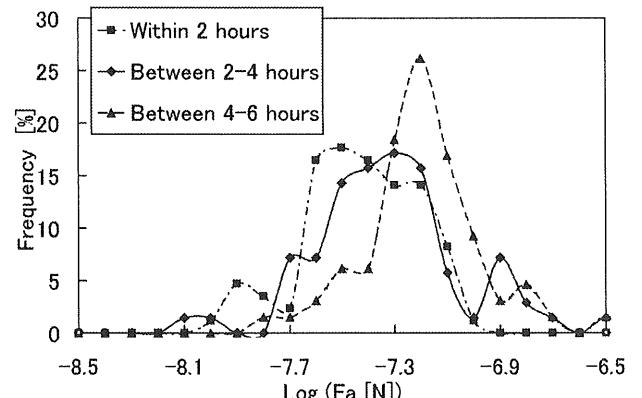


図 7 密閉状態で保存した粒子の付着力分布

Fig. 7 The adhesion force distributions when the particles were preserved in an airtight container.

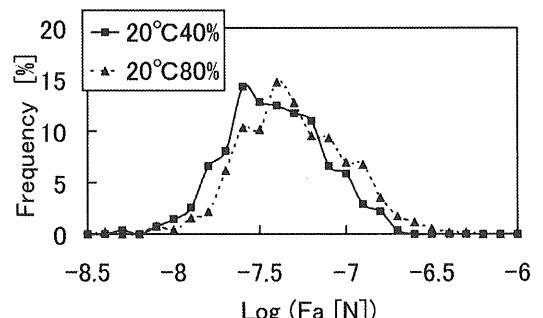


図 8 湿度の付着力分布への影響

Fig. 8 Influence of the humidity on the adhesion force distributions of the particle.

このことから、測定時間の経過による粒子の付着力の増加は吸湿に起因するものであることが予想できる。この影響は粒子を事前に同一環境に保存することで防ぐことができることも分かった。

さらに、付着力の増加の原因が吸湿に起因することを確認するため、保存及び測定環境を20°C・40%，20°C・80%の2通りの付着力分布測定を行った。どちらも、粒子の保存環境は測定環境と同一環境下に12時間放置したものである。

結果を図8に示す。20°C・40%に比べて20°C・80%になると、付着力の分布が強い方にシフトしていることが確認できる。このことから、吸湿が粒子の付着力の増加に影響していることが確認できた。

5.まとめ

微小極板を用いた粒子個々の付着力測定装置を開発した。導電性粒子を用いた実験による基本的な検討を行った結果、本装置を用いて粒子の付着力分布を求める際には、以下の測定条件を満たす必要があることが分かった。

- 印加電圧の昇電圧速度は90mV/100ms程度とする。
- 粒子は測定環境と同一環境下に十分長く保存する。

今後は、水平方向からCCDカメラで観測する利点を生

かした、凝集粒子のみの付着力を求める実験や、付着部分の観察を行える可能性がある。

参考文献

- 寺尾和雄、重廣清：電子写真学会誌, 34(1995) 83
- S. Kiatkamlornwong, S. Noppakundillograt, Y. Ando and Y. Hoshino: J. Imaging Sci. Technol., 41 (1997) 54
- T. Muta, K. Kamata and Y. Hoshino: Proc. IS&T's 12th Int. Congress Advances in Non-Impact Printing Technol., p.196 (1995)
- M. Ott, E. Ekiund, H. Mizes and D. Hays: Proc. NIP12 IS&T's International Conference on Digital Printing Technology, p.313 (1996)
- Y. Fukuchi and M. Takeuchi: Proc. NIP14 IS&T's International Conference on Digital Printing Technology, p.390 (1998)
- H. Mizes: J. Adhesion Sci. Technol., 8 (1994) 937
- 山本洋一、谷口慶治、高原慶久、仲野豊、山本弘明、渡辺貞一：電子写真学会誌, 23 (1999) 141
- A.Y.H: Cho, J. Appl. Phys., 35 (1964) 2561