
MEMSピンセットを用いた単一粒子電荷量測定技術の開発

Method for Measuring Electrostatic Charge on Single Particle Using Microelectromechanical Systems-Based Actuated Tweezers

山口 大地* 染野 秀介*
Daichi YAMAGUCHI Shuusuke SOMENO

要 旨

MEMS駆動のマイクロピンセットであるナノピンセットと原子間力顕微鏡用のカンチレバーを用いて、単一粒子の電荷量を計測する手法を開発した。ナノピンセットで把持した粒子をカンチレバーに近接させることで、カンチレバーに誘起される鏡像力を計測する独自のシステムを構築し、得られた鏡像力から仮想的な電荷中心を導入した解析モデルにより電荷量を算出する手法を確立した。ブローオフ法との相関が得られることから、本手法によって、粒子間の電荷量比較が可能であることを示せた。

ABSTRACT

A method for measuring the electrostatic charge on a single toner particle using nanotweezers (MEMS-based actuated tweezers) and an AFM cantilever has been developed. A unique system was designed to measure the image force on the cantilever induced by the charged toner particle gripped with nanotweezers. The method was established to calculate the toner particle charge from the image force assuming an imaginary center of charge. The consistent results with a blow-off method validate the comparison of charge among different particles by the proposed method.

* リコー未来技術研究所 基盤技術研究センター
Core Technology Research & Development Center, Ricoh Institute of Future Technology

1. 背景と目的

電子写真プロセスは、感光体の静電潜像に応じて摩擦帯電させたミクロンオーダーの粉体であるトナーが付着することで画像を形成するプロセスである。最終的に紙上の画像を形成するまでに、トナーはキャリア、感光体、中間転写ベルト、紙と移動する。これらの移動は、摩擦帯電させたトナーに対して電界を作用させることで行われるため、トナーの電荷量は画像品質や各プロセスの安定性に大きく影響する。

このようにトナーの電荷量は、電子写真設計上の重要なパラメータの1つであるため、評価する手法も複数存在する。

設計段階で汎用的に用いられるブローオフ法は、両端に金網を配した円筒形のファラデーケージに現像剤を入れ、高圧空気により現像剤からトナーを脱離した後に、残留した電荷量 Q をエレクトロメーターにより測定する手法である¹⁾。現像剤中のトナー重量 M を、ブローオフ前後の重量変化から求めることで、単位重量当たりの電荷量 (Q/M) として計測値を得ることが可能である。また、E-spartアナライザーは、電場と音響場を同時に形成させた検知部（測定部）にトナーを導入し、レーザードップラー法で粒子の移動速度を測定する手法である²⁾。分離したトナー1粒子ずつの電荷量を計測でき、かつ、これらの計測したトナー電荷量について頻度分布を得られるのが特徴である。

上記の2つの手法は、実験者が特殊な器具無しにハンドリング可能なマクロな量のトナーについて、電荷量を評価する手法である。一方、90年代より研究が行われてきた、原子間力顕微鏡を用いたコロイドプローブ法は、特定の粉体1粒子に着目したミクロな評価手法である。原子間力顕微鏡の探針であるカンチレバー先端に固定した粉体1粒子について、精度良く力計測を実施できることが特徴である。付着力計測に用いられることが多いが、導電性基板に近接させることで発生する鏡像力計測、及び、電荷量評価に用いた研究も報告されている³⁻⁸⁾。公開論

文にて、トナーを用いた評価報告は無いものの、ポリスチレンやガラスビーズでの評価結果が報告されている。また、原子間力顕微鏡を用いた別の電荷量計測手法として、J. W. Kwekら⁹⁾は、カンチレバーに固定した粉体を平板電極間に挿入し、電界を印加することで電荷量を評価する方法を提案している。

トナー及びマイクロオーダーの粉体の電荷量については、上記のような複数の評価手法があり、評価目的に応じて使い分けがなされている。当然、手法によって、評価不可能な内容も存在する。ブローオフ法は測定の容易さから、計測スループットが高く、設計現場では欠かせない手法だが、数mgというマクロなトナー量の平均値としての電荷量しか得られない。E-spart法は、数百から数千粒子のトナーについて、頻度分布として電荷量を評価でき、ブローオフ法よりも得られる情報量が多いが、異常画像を発生した少量のトナーのみについて電荷量を評価することは困難である。例えば、電子写真プロセスでは、非画像部にトナーが付着する“地汚れ”，もしくは、クリーニングブレードをすり抜ける“クリーニング不良”といった異常画像があるが、これらの“地汚れトナー”，“クリーニング不良トナー”のみについて電荷量を計測することは困難である。

原子間力顕微鏡を用いた手法では、1粒子粉体の電荷量を評価できるものの、粉体1粒子をカンチレバーへ固定する作業を短時間で終わることが困難である。また、カンチレバーへの固定作業中に粉体の帯電状態が変化する可能性が高く、部品等に付着したトナーについてin situな電荷量計測を行うことも実質的に不可能である。更には、1粒子の計測について、カンチレバーという高価なデバイスを1つ消費するため、非常に高コストな評価になる。

そこで筆者らは、従来の電荷量評価手法では困難な、任意の1粒子トナーについて電荷量を評価する手法を開発した。具体的には、MEMS駆動のマイクロピンセットと原子間力顕微鏡用カンチレバーを用いた、新規の電荷量計測手法を開発した。MEMSピンセットの開閉動作に粒子の固定機能を担わせること、及び、カンチレバーには粒子の固定機能は担わ

せず、力計測のみを担わせることで、コロイドプローブ法よりも短時間で、かつ、in situな1粒子電荷量計測を実現できる。更には、複数の粒子の計測を1つのカンチレバーで実現できるため、コスト的なメリットもある。

以下に、計測原理と代表的な検証結果を報告する。

2. 計測原理

2-1 鏡像力計測原理

本手法は、単一粒子の鏡像力を計測するプロセスと、得られた鏡像力から、仮想的な点電荷を配置するモデルにより電荷量を算出するプロセスから成る。本章では、前者の鏡像力を計測するプロセスを説明する。なお、本検討では、MEMS駆動のマイクロピンセットとして、アオイ電子株式会社のナノピンセット¹⁰⁾を用いている。以下、MEMS駆動のマイクロピンセットを、「ナノピンセット」として記述する。

本手法では、まず、ナノピンセットで計測対象のトナーを把持・採取し、その後、原子間力顕微鏡用カンチレバー上方の近接した位置にナノピンセットを移動させる (Fig. 1)。トナーをカンチレバーに近接させた状態から、ピエゾステージによって、カンチレバーをトナーに近づける。トナーが帯電していれば、鏡像電荷がカンチレバーに発生し、カンチレバーがトナー側に反るため、その反り量をカンチレバー背面に配置したレーザー変位計で計測する (Fig. 2)。カンチレバーのバネ定数との積を算出することで鏡像力を求める。ピエゾステージの移動速度から、トナー・カンチレバー間の距離を求められるため、鏡像力とトナー・カンチレバー間距離の関係を得られる。

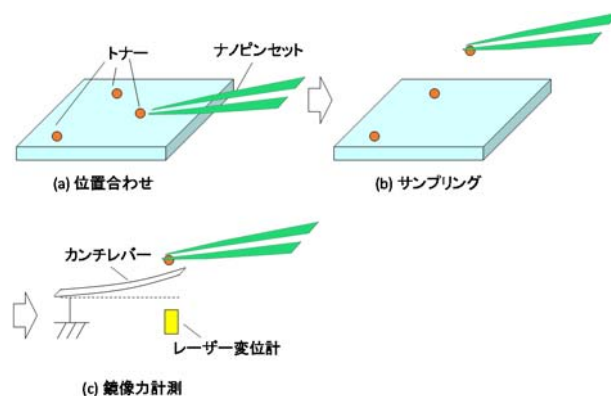


Fig. 1 Overview of toner particle sampling and toner particle image force measurement strategy using nanotweezers and cantilever.

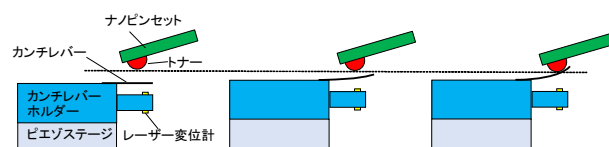


Fig. 2 Schematic diagram of image force measurement of single toner particle.

本手法を用いることで、1粒子トナーの帯電極性を判別することも可能である。Fig. 1, Fig. 2においては、カンチレバーは接地した状態で用いたが、Fig. 3に示すように、カンチレバーに電圧を印加した際に、カンチレバーがトナー側に引き寄せられるか、もしくは反発するかでトナーの帯電極性を判別できる。例えば、カンチレバーにプラス電圧を印加した際に、カンチレバーがトナー側に引き寄せられ、マイナス電圧を印加した際にトナーと反発するように反る場合は、ナノピンセットで把持したトナーはマイナス極性の電荷を保持すると判断できる。

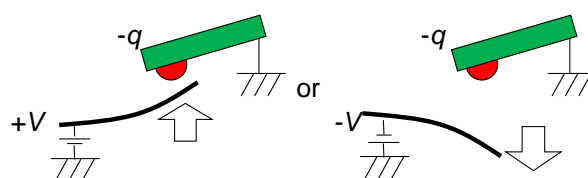


Fig. 3 Schematic diagram of identification of charge polarity.

2-2 解析モデル

2-1章の手法によって計測した鏡像力から、電荷量を算出する際には、西谷ら¹¹⁾が考案したモデルを用いる。トナーの付着力が局在化した電荷でなければ説明できないことから、トナー表面の帯電分布は不均一であることを示唆する研究結果が複数ある^{12,13)}。高抵抗の樹脂粒子がランダムな接触を繰り返して帯電するというプロセスを考慮しても、表面の帯電状態が不均一であるとするは妥当と考えられる。したがって、鏡像力から電荷量を算出する際は、トナー表面の電荷分布が不均一であることを考慮したモデルを採用すべきである。西谷らは、粒子表面の不均一な電荷分布を、仮想的な点電荷で置き換えることで、原子間力顕微鏡で計測される鏡像力を精度良くフィッティングできることを示している (Fig. 4)。筆者らが考案した手法で得られる鏡像力計測値についても、仮想電荷中心モデルで電荷量を算出可能である。

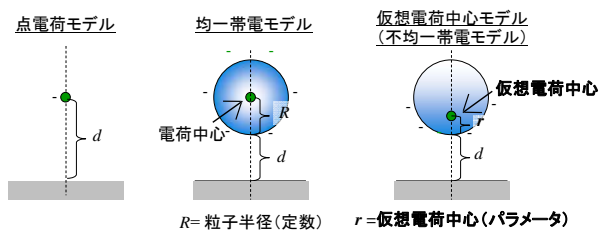


Fig. 4 Analytical model for toner charge calculation.

Fig. 4のモデルの本計測系への具体的な適用について、Fig. 5にて説明する。計測開始時のカンチレバーとトナーの距離を d 、ピエゾステージ移動距離を x 、カンチレバー変位を y 、カンチレバーのバネ定数を k 、トナーの電荷量を q 、トナー底面からの仮想電荷中心位置までの距離を r 、空気の誘電率を ϵ とする。反りによってカンチレバーに発生する力と、トナー電荷に起因する鏡像力との釣り合いを考えると、式(1)を立てられる。本計測系によって得られる、カンチレバー・トナー間距離 d に対する作用力 ky の変化、すなわち、鏡像力－距離曲線に、式(1)を

フィッティングすることで、電荷量 q 、及び、仮想電荷中心 r を求める。フィッティングには最小二乗法を用いる。

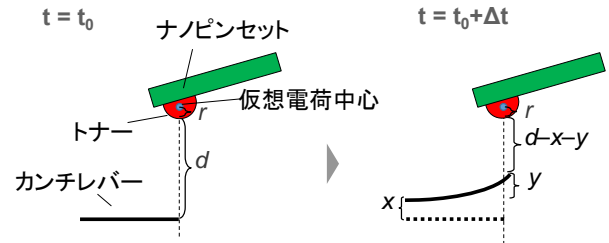


Fig. 5 Charge calculation model in image force measurement system using nanotweezers and cantilever.

$$\frac{1}{16\pi\epsilon} \frac{q^2}{(d + r - x - y)^2} = ky \quad (1)$$

3. 実験方法

2-1章で説明した鏡像力計測を実現するために構築した実験系をFig. 6に示す。ナノピンセットは、Zステージを介して光学顕微鏡に付随するよう設置した。トナーの把持、カンチレバーとの位置調整は、光学顕微鏡で得られる画像を基に実施した。試料台及びカンチレバーによって鏡像力計測を実現する力検出系は、XYステージ上に配置した。トナー把持時は、試料台を光学顕微鏡下に、鏡像力計測時には、力検出系が光学顕微鏡下に位置するようにXYステージを移動させることで、トナーのサンプリングと鏡像力計測を続けて実施できるようにした。

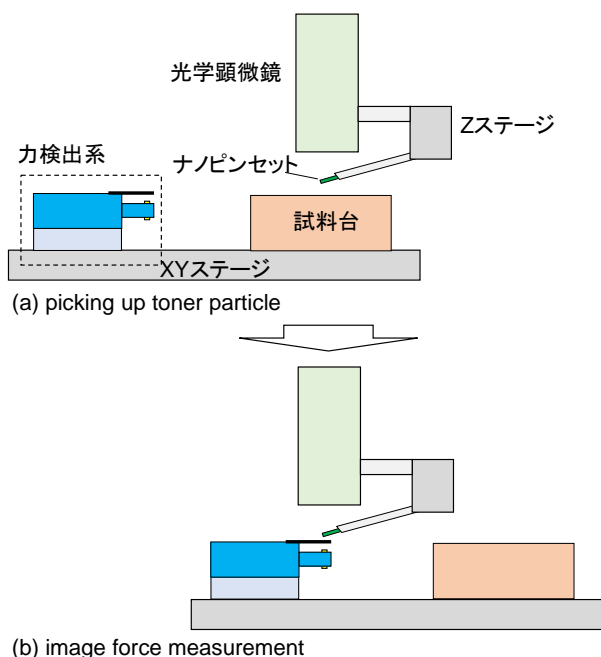


Fig. 6 Experimental apparatus of image force measurement system on single toner particle.

カンチレバーによる力検出系は、市販のカンチレバー、レーザー変位計とそれらを固定する専用治具をZ方向に駆動するピエゾステージ上に設置するように構成した。力検出系の具体的な構成は、Fig. 2を参照されたい。カンチレバーは表面を金コートしたものを用了。また、カンチレバーは外部電源により、電圧印加可能とした。

本手法の妥当性検証には、電荷量の水準を変えた電子写真用モデルトナーを用いた。電子写真用トナーは樹脂コートしたフェライト粒子であるキャリアと混合攪拌することで、摩擦帯電させることが可能である。以下の検証では、3種類の異なるキャリア粒子と混合攪拌することで電荷量を変えたトナー及び、キャリアと混合攪拌せず、未帯電状態に近いと推測されるトナーをサンプルとして用いた。評価は、シリコン基板上に散布したトナーについて実施した。

4. 結果と考察

Fig. 7に、鏡像力計測の一例を示す。ブローオフ法で、 $-33.2 [\mu\text{C/g}]$ の電荷量を持つ電子写真用トナーからランダムに選んだ1粒子について計測した結果と、トナーを把持していない状態での計測結果を示す。トナーを把持していない状態ではカンチレバーに接触するまで作用力が発生しないのに対して、帯電トナーを把持した状態ではカンチレバーに近づくにつれ、作用力が増加する。トナーとカンチレバーの距離が数 μm の状態でも力が作用していることから、水架橋力やファンデルワールス力ではなく、トナーの電荷に起因する鏡像力を計測できていると考えられる。トナーを把持した状態での計測結果については、仮想電荷中心モデルによってフィッティングした結果も記載しているが、計測結果を精度良くフィッティングできていることがわかる。なお、フィッティングは、電荷量 $q=0.82 [\text{fC}]$ 、仮想電荷中心 $r=1.37 [\mu\text{m}]$ にて行っている。

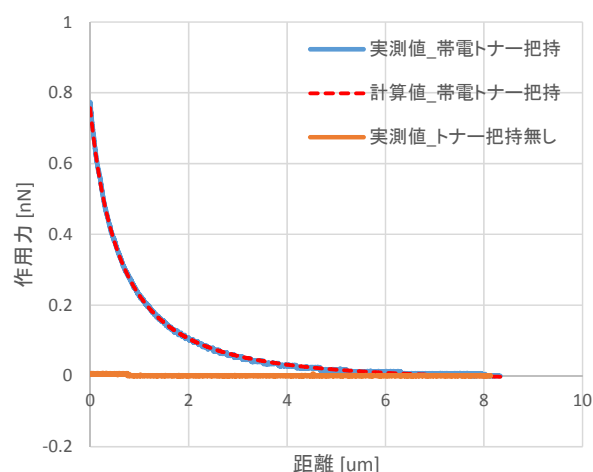


Fig. 7 Typical result of image force-distance curve.

カンチレバーへの電圧印加によって、帯電極性を評価した結果をFig. 8に示す。電圧印加による作用力の変化分と印加電圧の関係を示した結果である。評価の際は、電圧印加によるカンチレバーの反り、たわみが十分に計測できるまで、トナーをカンチレ

バーへ近接させている。Fig. 7と同様にブローオフ法で $-33.2 [\mu\text{C/g}]$ の電荷量を持つ電子写真用トナーから、ランダムに選んだ1粒子について評価している。Fig. 8は、カンチレバーにプラス電圧を印加すると、カンチレバーがトナー側に引き寄せられ、カンチレバーにマイナス電圧を印加するとカンチレバーがトナーと反発するように反ること、すなわち、ナノピンスセットで把持したトナーが、マイナス極性であることを示している。なお、Fig. 8において、プラス電圧印加時とマイナス電圧印加時で、電圧印加による作用力変化が異なる。これは印加電圧に関わらず、トナー電荷による鏡像力が、カンチレバーをトナーに引き寄せる方向に作用していることの影響と考えられる。

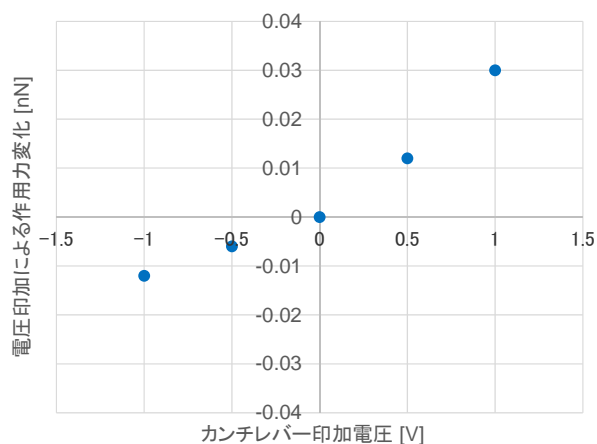


Fig. 8 Typical result of identification of charge polarity.

Fig. 9に電荷量を変えたトナーについて、鏡像力を計測した結果を示す。各 Q/M の水準について、ランダムに7粒子を選択して評価している。各水準内における鏡像力ばらつきは、粒子間の電荷量ばらつきを示していると考えられる。上記のようなばらつきがあるものの、 Q/M が異なる水準間においては、ブローオフ法による計測値とともに、本手法による鏡像力計測値が大きくなることを確認できる。

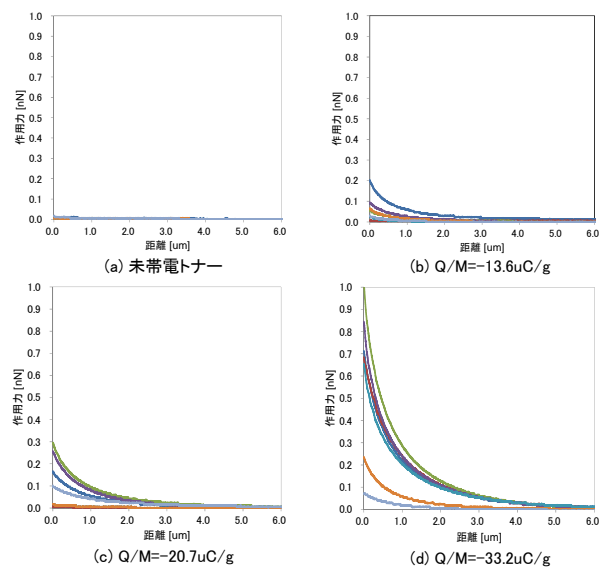


Fig. 9 Image force-distance curve for charged toner.

Fig. 9の鏡像力計測結果から、2-2章で説明した仮想電荷中心モデルによって電荷量を算出した結果を、Fig. 10に示す。Fig. 9の傾向と同様に、ブローオフ法で計測した電荷量とともに、鏡像力から算出した電荷量も大きくなることがわかる。Fig. 10からも仮想電荷中心モデルによる電荷量算出が問題無く実施できていることがわかる。

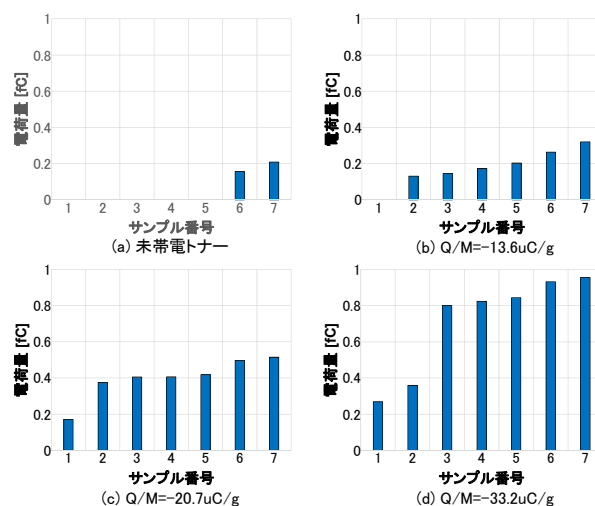


Fig. 10 Comparison between proposed technique and blow off method.

Fig. 10における、帯電トナー評価結果(b), (c), (d)について、各水準の平均値とブローオフ法との計測値を比較した結果をFig. 11に示す。ブローオフ法の計測値については、トナー比重と平均粒子径から、1粒子当たりの電荷量に換算した結果を示している。図中のエラーバーは計測値の標準誤差を示している。Fig. 11から、ブローオフ法の計測値と本手法による計測値が、オーダーが等しく、かつ、ほぼリニアな関係にあることがわかる。鏡像力を求める際に用いたカンチレバーのバネ定数がメーカー公称値であり、必ずしも真値と等しくない可能性があること、また、同一粒子表面上でも、カンチレバーから遠方に位置する電荷に起因する鏡像力は、検出しにくくなることから、絶対値としては一致していないと考えられるが、粒子間の電荷量の差異を議論することは、十分に可能と考えられる。例えば、非画像部にトナーが付着する地汚れ現象について、その発生原因がトナーの帯電不良に因るものか、もしくは、その他の要因に因るものかを、計測値とFig. 11との比較により判断することは十分に可能と考えられる。更に、その発生頻度について、地汚れトナーの帯電量に対して依存性を評価し、地汚れ発生メカニズムを推定することも、同様の考察によって十分に可能と考えられる。

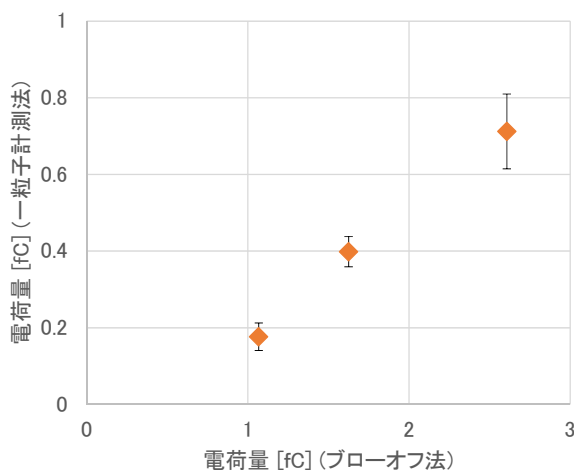


Fig. 11 Comparison on single toner charge between proposed and blow off method.

Fig. 9からFig. 11は、同一のカンチレバーを用いて実施した結果である。これらの結果をコロイドプローブ法で得るためには、多数のカンチレバーが必要であり、かつ、プローブ作製にも多大な時間を要する。必要なコスト・時間は、本提案手法に比べて、数十倍以上になると予想される。本技術が、コロイドプローブ法の計測コスト、スループットを大きく改善することが示されたと考えられる。

5. まとめ

MEMS駆動のマイクロピンセットと原子間力顕微鏡用カンチレバーを用いて、任意1粒子トナーの電荷量を計測する新規の手法を考案した。マイクロピンセットによるトナーのサンプリングと、カンチレバーによる鏡像力計測をシームレスに実現する独自システムを構築することで、コロイドプローブ法では困難な短時間、かつ、in situの1粒子鏡像力計測を可能とした。得られた鏡像力から、仮想的な電荷中心に基づく解析モデルにより、電荷量を算出する手法を確立した。本手法を用いて粒子間の電荷量比較が可能であることを、ブローオフ法との比較により検証できた。

参考文献

- 1) L. B. Shein: Electrophotography and Development Physics, Springer, p. 80, New York (1988).
- 2) M. K. Mazumder et al.: Measurement of Particle Size and Electrostatic Charge Distributions on Toners Using E-SPART Analyzer, *IEEE T Ind. Appl.*, Vol. 27, No. 4, pp. 611-619 (1991).
- 3) M. Ott, H. Mizes: Atomic force microscopy adhesion measurements of surface-modified toners for xerographic applications, *Colloids Surf.*, Vol. 87, pp. 245-256 (1994).

- 4) M. Tanaka et al.: Evaluation of the particle-particle interactions in a toner by colloid probe AFM, *Powder Technol.*, Vol. 183, pp. 273-281 (2008).
- 5) H. Mizes et al.: Small particle adhesion: measurement and control, *Colloids Surf.*, Vol. 165, pp. 11-23 (2000).
- 6) H. Zhou, M. Gotzinger, W. Peukert: The influence of particle charge and roughness on particle-substrate adhesion, *Powder Technol.*, Vol. 135, pp. 82-91 (2003).
- 7) T. Matsuyama, M. Ohtsuka, H. Yamamoto: Measurement of Force Curve due to Electrostatic Charge on a Single Particle using Atomic Force Microscope, *KONA Powder and Particle Journal*, Vol. 26, pp. 238-245 (2008).
- 8) M. J. Bunker et al.: Direct Observation of Single Particle Electrostatic Charging by Atomic Force Microscopy, *Pharmaceutical Research*, Vol. 24, pp. 1165-1169 (2007).
- 9) J. W. Kwek et al.: Novel parallel plate condenser for single particle electrostatic force measurements in atomic force microscope, *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng.*, Vol. 385, pp. 206-212 (2011).
- 10) T. Umemoto et al.: Nanotweezers with Proximity Sensing and Gripping Force Control System, *Japanese Journal of Applied Physics*, Vol. 48, pp. 08JB21-08JB21-4 (2009).
- 11) 西谷佳典ほか: AFMによる気相中粒子 - 壁面間相互作用力の測定, 粉体工学会研究発表会講演論文集, pp. 67-69 (2000).
- 12) D. A. Hays: Toner Adhesion, *J. Adhesion*, Vol. 51, pp. 41-48 (1995).
- 13) 飯村治雄: トナー付着力の研究 - 外添剤の効果, *Ricoh Technical Report*, No. 26, pp. 34-41 (2000).