

令和 5 年 5 月 29 日現在

機関番号：12601
研究種目：基盤研究(B)（一般）
研究期間：2018～2021
課題番号：18H01881
研究課題名（和文）電磁駆動法によるレオロジー顕微鏡の開発

研究課題名（英文）Development of EMS Rheology Microscope

研究代表者

酒井 啓司 (Sakai, Keiji)

東京大学・生産技術研究所・教授

研究者番号：00215584

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 12,700,000円

研究成果の概要（和文）：本研究は、マイクロ領域でのレオロジー計測のための微小EMSプローブによる粘弾性測定を実現し、さらに複数個のプローブの運動の同時観察により試料中の粘弾性のマッピングを行う「EMSレオロジー顕微鏡」を開発することを目的とした。研究では顕微鏡下で回転する微小球の運動を画像処理により抽出する技術を開発した。さらに特殊環境での使用を想定して、100mm以上の遠隔駆動を実現するトルク中継器の開発を行った。さらに粘弾性分布の可視化を実現する新しい手法として、多孔質基板からの運動量拡散を直接観察して、レオロジー情報をマッピングする着想を得、その可能性を確認することができた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

これまでに多くの粘弾性計測のための方法論が開発されてきたが、これらの手法は少なくとも1mL程度の試料体積に対する平均的な力学応答を求めるものであった。一方で例えば界面活性剤水溶液では分子の集合状態が異なる複数の相が共存し、マイクロな空間構造を形成することが知られており、この空間的な不均一構造を流動性という視点でマッピングすることは、ソフトマテリアルの機能発現のメカニズムを解明する上で極めて重要である。本研究の成果によりこのレオロジー的な性質の分布状態を可視化して示すことが可能になり、多くのソフトマテリアルにおける相分離や相転移、あるいは臨界現象を研究する上で有効な実験手法を提供することができた。

研究成果の概要（英文）：The purpose of this study is to develop the rheological microscope, which is based on the principle of the electro-magnetically spinning viscometer. In the system, multiple small metal particles are dispersed in the sample and their rotational velocities are observed through the image analysis, giving the information on the distribution of the rheological properties. We successfully developed a system, in which aluminum spheres with diameter of 0.5 mm are employed as probes for local mechanical properties. To apply the system for the extra ordinal circumstances such as high temperature and high pressure, we developed a torque range extender. Also we obtained an idea to use punched substrate as the source of the mechanical momentum. We could observe the diffusion of the momentum from a small hole, which is the direct image of the mapping of the rheological properties.

研究分野：ナノレオロジー工学

キーワード：レオロジー 粘弾性 局所力学物性 電磁駆動式粘度計 画像解析 ソフトマテリアル 相分離

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

近年、多様な内部ミクロ構造と機能を有する柔軟な材料“ソフトマテリアル”が新規の素材として工学的にも重要な位置を占めるようになった。高分子や液晶、両親媒分子あるいはその複合体が形成するいわゆる複雑流体は、温度や電場・磁場・応力といった外的刺激に容易に応答してその構造を変化させるという特徴を有し、これが材料としての多彩な機能発現の起源となっている。これらの物質群は見た目は流体であって、そのため微小体積にまで容易に分割可能であり、例えばインクジェット技術などの応用により nm ~ μm 程度の空間スケールの構造物が簡便な低エネルギー工学プロセスにより形成可能であり、今後もその材料としての重要性はますます高まって行くことは間違いない。しかし従来のレオロジー計測手法は少なくとも 1mL 程度の試料体積に対する平均的な力学応答を求めるものである。一方で例えば界面活性剤水溶液では分子の集合状態が異なる複数の相が共存し、ミクロな空間構造を形成する。この空間的な不均一構造を流動性という視点でマッピングすることは、ソフトマテリアルの機能発現のメカニズムを解明する上で極めて重要であった。

2. 研究の目的

この状況を踏まえ本研究では、粘弾性測定空間分解能を向上し、マイクロ領域のレオロジー特性を画像化して取得する技術を新規に構築することを目的とした。一般にレオロジー測定では対象試料の力学的な物性を調べるために、プローブを機械的に測定部に接触させて変形させその応答を調べる。しかしこの方法では局所的な粘弾性以外にも、プローブが接触する多くの部分の情報が寄与してしまう。このため微小なレオロジープローブに対して遠隔にトルクを印加しうる電磁駆動式レオロジー計測手法を用い、さらにその運動を画像として調べることにより粘弾性の高空間分解マッピングを行う新規手法の開発を目指した。

3. 研究の方法

本研究で開発するレオロジー顕微鏡では、試料中に分散させた微小球状プローブが、それぞれ EMS 駆動により運動する様子を光学顕微鏡の視野内において動画像として捕捉する。複雑流体の内部構造に起因する粘弾性の分布を試料の光学像とともに 2 次元画像として視覚的にとらえるという意味で、一点のみの局所測定を行う AFM やレーザートラッピングの応用に比べて大きく質的に異なる情報を取得できる。さらにさらに複数のプローブの運動の同時観察により試料中の粘弾性のマッピングを行う。

4. 研究成果

まず本研究の成果を説明する上で基盤技術となる電磁駆動 (EMS) 法について説明する。測定では試料中に導電性の回転子を配置する。測定装置はこの回転子に対し水平面内で向きが回転あるいは回転振動するベクトル磁場を与える。このとき時間変動する磁場により導電性のプローブ内部に誘導電流が誘起され、さらにこの電流と磁場とのローレンツ相互作用によりプローブには磁場の回転に追従する方向にトルクが発生する。この結果、プローブは周囲の試料媒質が持つ粘性による抵抗トルクを受けながらその場で回転する。印加トルクの大きさは磁場とプローブの回転速度の差に比例し、また抵抗トルクは粘性とプローブの回転速度に比例するため、既知の磁場回転数下でのプローブの回転速度を計測することで粘性の値を決定することができる。以下に本技術を用いて開発した局所粘弾性を測定するシステムの各要素技術について記す。

(1) 電磁石駆動による回転振動の励起

これまでのシステムではモーターにより電磁石の組を回転させることにより、回転子を駆動するベクトル磁場を生成していた。これに対し、粘弾性を計測するためには周期的に回転方向が振動する磁場を生成する必要がある。これは磁石の回転の機械的な変調では困難である。このため電磁石を用いたベクトル磁場生成を試みた。電磁石は大きな誘導負荷となるため、これと容量負荷を接続して共振回路を構成して入力インピーダンスを交流電源の出力インピーダンスと整合させることにより、十分な強度を有しかつ 10Hz までの周波数域で微小プローブを回転振動駆動するシステムを開発した。

(2) ビデオ画像解析による回転検出

顕微鏡下で観察される複数の微小プローブの回転速度を検出するために、ビデオにより取得された動画像から分散するソフトウェアを開発した。実験で微小球回転子に赤、青、緑のマーカーを記し、画像上でこの組を探索して回転子の位置と姿勢を同定する。その後、時間の経過に伴って運動する各点の位置からそれぞれの回転子の回転速度を計測し、その周囲の粘性を決定する。これにより 50 rad/s 程度の角速度までを測定できることを確認した。この手法は周期的に回転方向を変える振動測定にも適用可能であり、これを用いてひも状ミセル系の粘弾性測定を行った。

さらにこのシステムを用いて実際の局所粘弾性の計測を行った。試料として粘性 10mPa \cdot s と

100mPa·s の粘度標準液を用い、シャーレ中にそれらが分離して分布するように配置し、微小球プローブが回転する動画像から粘弾性の分布を計測できることを確認した。

(3) 穴開き基板からの運動量拡散の観察により粘弾性分布を計測する手法の検討

当初の研究計画では、トルクを受ける微小プローブを分散させて試料中の粘弾性の分布を計測して局所レオロジーの計測を行う予定であった。これについては上述のように当初の目標を達成することができた。一方で、別の研究プログラムで特殊環境中の長時間連続粘弾性計測を行うシステムを開発する中で、試料を囲む境界、例えばサンプルセルの底から流体の並進運動量を導入して試料中の粘弾性分布を計測するという着想を得た。これは粘性液体の運動を記述するナビエ・ストークス方程式が、移流の効果を考慮に入れた運動量の拡散方程式となっていることから帰結できる。

具体的にはサンプルセルの底板に周期的な細孔を構成し、さらに底板を介したさらに下部に流動を起こす。下層の流動は層流であるが、底板の細孔を介して層流が持つ並進運動が上層に拡散する。細孔が一か所であればその周辺の粘性に関する情報が得られ、また細孔が周期的に分布していれば画像にはそのフーリエ成分現れる。

この手法の可否を確認するために、通常のレオロジー計測で用いられる平行平板型粘度計を想定し、その底部分に周期的な細孔を設けて細孔からの並進運動量の拡散が、大域的なレオロジー計測に与える影響を確認した。この実験の概念図を図 1 に示す。

以下、各種の基板によって測定された実験結果について記す。条件 (a) では細孔のない薄板を基盤として用いた。これは通常用いられている回転型粘度計と同じ条件である。また条件 (b) では基板を取り除き、試料厚みが 5 mm となっている。さらに条件 (c) ~ (e) では細孔を有する薄板を基盤として用いた。これにより回転子と基板との間につくられる層流の持つ流体の運動量が、細孔を通して下方に拡散する。細孔はすべて円形であり、六方晶の位置にある。また細孔の分布は穴の直径 R および格子定数 L 、によって決定できる。ここで格子定数は最近接の円形穴の中心間距離とした。それぞれの条件についてのパラメータは、(c) $R = 1.5$ mm, $L = 4.0$ mm、(d) $R = 0.5$ mm, $L = 2.0$ mm、(e) $R = 0.25$ mm, $L = 1.0$ mm である。これにより穴部の占有率は(c) について 0.51 であり、(d) および (e) について 0.23 である。またすべての板厚は 0.5 mm である。

これらの条件について、回転子の回転速度すなわちずり速度と印加トルクの間係数を求めた。その結果を図 2 に示す。試料は粘度標準液でありその粘性は測定を行った 25 °C において 48.5 mPa·s である。比較的粘性の高い試料を用いたのは、レイノルズ数を 10 以下に抑えて非線形流れの効果を無視するためである。

図よりすべての試料についてずり速度と印加トルクの間係数が線形性が成り立つことがわかる。もっとも顕著な違いは(a)と(b)の間に見られ、これは運動量の拡散領域が狭い空間に閉じ込められているからという解釈も可能である。両者の傾きの比は 5.7 であり、これは試料厚みの比 6.5 にほぼ等しい。また細孔を有する基板 (c)-(e) については、穴なし基板より傾きが小さいことがわかる。常識的には滑らかな基板の方が粘性抵抗は小さいと考えられるが、これは穴部からの流体の運動量の漏れを考えると理解できる。これについて説明する。動粘性係数は流体の持つ運動量の拡散係数である。ここでエネルギー散逸の立場から粘性測定の原理を考える。以下の説明の模式図を図 3 に示す。穴を持たない基板での測定の場合 (図(i)) 上部の回転子により生成された運動量は空間を拡散して下方に伝わり、下部の基板で回収され

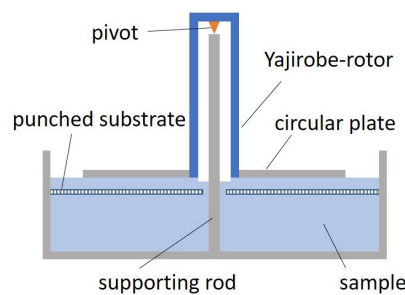


図 1 穴あき基板を介した運動量拡散。

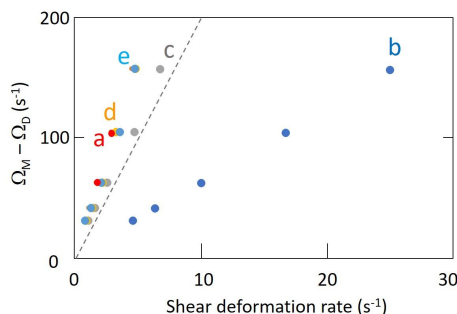


図 2 穴あき基板を用いた流動曲線測定結果。(a)穴なし基板、(c, d, e) 穴あき基板、(b)基板なし。

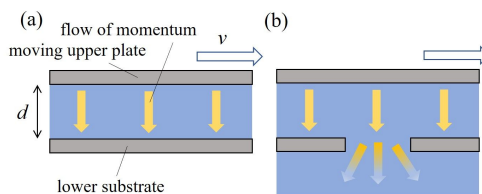


図 3 粘性測定における並進運動量拡散の概念図

る。このときずり変形速度はいたるところで一定で $\dot{\gamma} = v/d$ であり、一方でエネルギー散逸は単位体積当たり $\dot{\gamma}^2$ と書ける。ここに細孔を導入すると、そこから下方に運動量の漏れが生じる。

空間が大きくなった分、エネルギー散逸に寄与する体積は増加するが、運動量分布の空間勾配が減少するために単位体積当たりのエネルギー散逸は減少する。前者はエネルギー勾配に逆比例し、後者はその 2 乗に比例するため結果として穴を有する基板については一定速度で回転させるためのトルクは小さくて済む。詳しい計算によれば、この効果の大きさは穴の占有率 p の関数で表される。図 2 の破線は、条件(c)について得られた理論曲線であり、実験結果をよく再現していることがわかる。

以上の通り、細孔を有する基板についてもこれまでの粘性測定の方法論が有効であり、また穴形状の寄与を定量的に計算する理論的枠組みを構築することができた。またこの実験結果により、細孔を介して流体の並進運動力が拡散していることが確認できた。今後は拡散する運動量を微粒子の運動の動画解析により増加する試みを行っていく予定である。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計5件（うち査読付論文 5件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 3件）

1. 著者名 K. Sakai	4. 巻 60
2. 論文標題 introduction of rheometry to researchers of ultrasonics	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Japanese Journal of Applied Physics	6. 最初と最後の頁 SD0801 1-9
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.35848/1347-4065/abf07e	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

1. 著者名 R. Yokota, T. Hirano, S. Mitani, and K. Sakai	4. 巻 60
2. 論文標題 Measurement of interfacial properties among fluids by micro-droplets observation	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Japanese Journal of Applied Physics	6. 最初と最後の頁 SDDA01 1-3
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.35848/1347-4065/abe688	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 T. Hirano, S. Mitani, and K. Sakai	4. 巻 59
2. 論文標題 Fluidity measurement of human and synthetic analogous bloods using an electromagnetically spinning rheometry	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Japanese Journal of Applied Physics	6. 最初と最後の頁 SKKA01 1-4
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.35848/1347-4065/ab78e9	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 M. Hosoda, T. Hirano, Y. Yamakawa, and K. Sakai	4. 巻 58
2. 論文標題 Remote measurement of viscoelasticity by electro-magnetically spinning system	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Jpn. J. Appl. Phys.	6. 最初と最後の頁 SGGA01 1-4
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.7567/1347-4065/ab0df5	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

1. 著者名 T. Hirano, S. Mitani, and K. Sakai	4. 巻 59
2. 論文標題 In-vitro evaluation of blood fluidity using an electromagnetically spinning rheometry system	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Jpn. J. Appl. Phys.	6. 最初と最後の頁 SGGA03 1-4
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.7567/1347-4065/ab0ba4	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている(また、その予定である)	国際共著 -

[学会発表] 計6件(うち招待講演 2件/うち国際学会 5件)

1. 発表者名 T.Hirano, K. Sakai
2. 発表標題 Remote sensing of temperature dependence of viscosity below the freezing point by electromagnetically spinning system
3. 学会等名 Ultrasonic Symposium (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 酒井啓司
2. 発表標題 電磁力を利用した新規高精度レオロジー計測手法の開発
3. 学会等名 日本レオロジー学会(招待講演)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Keiji Sakai
2. 発表標題 Introduction to Rheometry
3. 学会等名 Ultrasonic Symposium (招待講演)(国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 T. Hirano, S. Mitani, and K. Sakai
2. 発表標題 Fluidity measurement of gel-like microparticle dispersion by EMS system for assessing mechanical properties of dispersed particle
3. 学会等名 ymposium on Ultrasonic Electronics (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 T. Hirano, S. Mitani, and K. Sakai
2. 発表標題 Applications of EMS rheometry from viewpoint of remote sensing
3. 学会等名 The Society of Rheology 91st Annual Meeting (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 K. Sakai, M. Hosoda*, and Y. Yamakawa
2. 発表標題 Remoto sensing of coagulation process by electro-magnetically spinning system
3. 学会等名 The Society of Rheology 91st Annual Meeting (国際学会)
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔出願〕 計2件

産業財産権の名称 力学物性の測定方法	発明者 酒井啓司	権利者 東京大学
産業財産権の種類、番号 特許、特願2020- 95902	出願年 2020年	国内・外国の別 国内

産業財産権の名称 物性の計測装置及び方法	発明者 酒井啓司	権利者 東京大学
産業財産権の種類、番号 特許、特願2018-044886	出願年 2018年	国内・外国の別 国内

〔取得〕 計1件

産業財産権の名称 物性の計測装置及び方法	発明者 酒井啓司	権利者 東京大学
産業財産権の種類、番号 特許、特許6934185	取得年 2021年	国内・外国の別 国内

〔その他〕

<http://sakailab.iis.u-tokyo.ac.jp/>

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------