

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 24 年 6 月 5 日現在

機関番号：32657

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2010～2011

課題番号：22760052

研究課題名（和文） 電磁スピニングシステムによる超高粘性領域の迅速・広帯域粘弾性スペクトル測定

研究課題名（英文） Rapid and Wideband viscosity measurement with EMS system

研究代表者

細田 真妃子 (HOSODA MAIKO)

東京電機大学・理工学部・講師

研究者番号：40366406

研究成果の概要（和文）：非接触、極微量測定、広いダイナミックレンジといった様々な特徴を有するまったく新しい粘弾性測定法である電磁スピニングシステムを、 $10^3 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 以上の高粘性領域に対応させる試みを進めた。さらに完成したシステムを用いて、樹脂の硬化プロセスやガラス転移などの現象に見られる非常に高い粘性の出現過程における粘弾性の広帯域周波数スペクトルを、秒～分程度の分解能で迅速測定できるシステムを構築した。

研究成果の概要（英文）：We(research group) developed a new apparatus of viscosity measurement based on the principle of electro-magnetically driving of the metal probe in a non-contact manner. The system has an advantage that is completely free from the contamination to both of the sample and the measurement apparatus. The system is composed of the dipole electromagnet and the precise measurement of the rotation angle of the sphere with the optical lever technique.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合 計
2010 年度	2,300,000	690,000	2,990,000
2011 年度	1,000,000	300,000	1,300,000
年度			
年度			
年度			
総 計	3,300,000	990,000	4,290,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：応用物理学・工学基礎、応用物理学一般

キーワード：物理計測・制御

1. 研究開始当初の背景

当研究者を含むグループは、極微量の試料容量で粘性を非接触測定できる EMS (Electro Magnetically Spinning) 粘度計測システムにより、流体の粘度曲線を正確に計測することを可能にした。が、これまでこのシステムでは測定に要する時間の制約から、測定可能な粘度範囲が $1 \sim 10^4 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 程度に制限されていた。これに対しレーザー光などを用いて微小回転角の迅速測定を行えば

EMS システムによる超高粘性測定への対応が可能となる。この手法を用いれば、硬化に伴って急速に変化する高分子の架橋過程や、ガラス転移点に向けて発散的に増加する粘性を示すガラス転移現象などの実時間測定が可能になる。

実際、光による検出では 10^{-6} rad 程度の回転は十分に検出可能であり、その計測時間は数 m 秒程度となる。

2. 研究の目的

本研究は、非接触、極微量測定、広いダイナミックレンジといった様々な特徴を有するまったく新しい粘弾性測定法である電磁スピニングシステムを、 $10^3 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ 以上の高粘性領域に対応させる試みを進める。さらに完成したシステムを用いて、樹脂の硬化プロセスやガラス転移などの現象に見られる非常に高い粘性の出現過程における粘弾性の広帯域周波数スペクトルを、秒～分程度の分解能で迅速測定できるシステムを構築する。電磁スピニングシステムは高温・高圧などの特殊環境に容易に対応しうるといった点で、接着剤や樹脂などの硬化プロセスのモニタリング手法としてきわめて有力であるが、しかし現在のシステムではプローブ球の回転をカメラ撮影とその画像解析によって行っているため、 $10 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ 以上の高粘度域の測定をすることが不可能である。本研究は、非接触、極微量測定、広いダイナミックレンジといった様々な特徴を有するまったく新しい粘弾性測定法である EMS システムを、 $10^3 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ 以上の高粘性領域に対応させること、さらに完成したシステムを用いて、樹脂の硬化プロセスやガラス転移などの現象に現れる非常に高い粘性の出現過程における粘弾性の広帯域周波数スペクトルを、分程度の分解能で迅速測定できるシステムを構築することを目的とする。

3. 研究の方法

測定は当研究者を含むグループが開発した EMS 粘性測定システムを用いて行った。新たに開発した電気磁力による (EMS) 球回転粘度計システムについて説明する。粘度計には 2 個の磁石がローターに取り付けられており、これを回転させることによって回転磁界が形成される。試料セルは底が滑らかな凹形になっている市販の試験管を用いる。試験管の中心は回転磁場の中心と一致しており、そこに直径 2mm のアルミニウム球を配置する。

磁界を回転させることにより、球の中で渦電流が発生する。さらに磁場と渦電流との相互作用で起こるローレンツ力により球を回転させるトルクが発生する。これは従来の Zimm 型粘度計と同じ原理であるが、今回の手法では、金属球が回転子としてセルの底部に接していることが大きな特徴である。このとき問題となる球と底面との摩擦による抵抗トルクは球の半径の 4 乗に比例するのに対し、粘性抵抗によるトルクはその半径の 3 乗に比例することが計算によりわかっている。すなわち球の半径を十分に小さくすれば、摩擦を無視することができることになる。さらに球体に加わる回転磁場によるトルクは、解析的に計算が可能である。また球は幾何学的

な対称性にきわめて優れているために、回転における回転軸の傾きを全く考慮する必要がなく、高角速度の回転においてもそれが安定に持続するという利点もある。

回転磁界は試料セルの周りを回転する 2 個の永久磁石で発生させる。試料は内径 6mm の市販のガラス製試験管に入れる。その中にあらかじめ、直径 2mm のアルミニウム球を入れておく。磁場が回転すると、金属球は回転しはじめる。定常状態における球の回転数は、磁場の大きさと試料の粘性によって決まる。球の回転状況はセル直下に設置したビデオカメラによって顕微鏡観測する。不透明な試料でも球は沈んでいるので、試験管底と球の間の試料層はかなり薄くなるため測定は可能である。このカメラからパソコンにビデオ画像を転送し、球の回転数を画像計測する。この回転数は磁場の回転数とは異なった値を示し、この値の差から弾性率と粘性を得ることができる。

4. 研究成果

現有のシステムでは向かい合う 2 個一組の永久磁石をモータによって試料の周りを回転させることにより回転磁場を生成していたが、ここから定置した一組の永久磁石と、電流により磁場の向きと大きさを制御することができる電磁石を組み合わせた電磁駆動型 EMS の作製を試みた。粘性が $10^3 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ のシリコンオイルを標準試料として用い、性能の確認を行った。

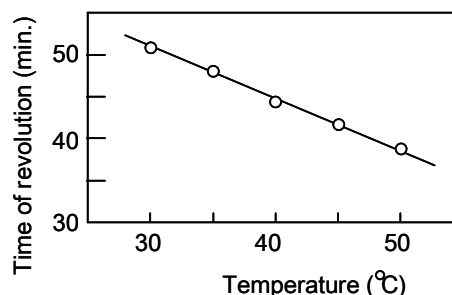


図1 回転時間の試料温度依存性。
試料は $10^3 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ のシリコンオイル。

回転子として半径 1mm のアルミ球を用いると、球の最大回転角速度は 10^{-4} rad/s の程度であり、例えば 100Hz の振動磁場に対する角度変化は 10^{-6} rad/s 、赤道の移動距離は 1 nm となる。この微小な変化量の測定を実現するために、レーザースペックル測定を試みた。アルミニウム球に下からレーザー光を照射すると、表面のわずかな凹凸のためにファースフィールドにおいて反射光にスペックルパターンを生じるため、球の回転によるこのスペックルパターンのその移動から球のわずかな動きを測定した。

さらに振動の高周波化で微小振幅を測定するために、光パターンの変化に非常に敏感な光学測定手法・センサを用い、印加信号との同期から位相敏感検波するロックインアンプを組み合わせで行った。このシステムにより、当初 $10^3 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ の粘性標準の 100Hz までの粘弾性スペクトル測定を行った。ゼロ周波数極限では粘性はフィッティングパラメータなしでその絶対値を決定することができるため、これをもって装置の精度の評価を行うことができ、高精度で粘性を測定できることを確認した。この手法を用いれば、硬化に伴って急速に変化する高分子の架橋過程や、ガラス転移点に向けて発散的に増加する粘性を示すガラス転移現象などの実時間測定が可能になる。

ここではさらに本システムを極遅かつ迅速応答の機械的アクチュエータ、あるいは極遅の動きの標準として用いる提案を行う。これを説明するにあたり、本システムを構成する典型的な空間サイズ、粘性、密度をそれぞれ球の半径、媒質の粘性、球あるいは媒質の密度として、 $R=10^{-3} \text{ m}$, $\eta=10^3 \text{ Pa} \cdot \text{s}$, $\rho=10^3 \text{ kg/m}^3$ の程度であるとする。このとき球の回転が運動の標準となりうるためには、想定する球の速度に対して熱ゆらぎによる運動が十分に遅い、すなわち熱揺動に伴うノイズが十分に小さくなければならない。

まずブラウン運動による球の並進位置ゆらぎについて考えると、その拡散係数はボルツマン定数を k として次式で与えられる。本システムの条件を代入すると拡散係数は、 $D=2 \times 10^{-22} \text{ m}^2/\text{s}$ の程度となり、例えば 1 秒間に の程度の位置ゆらぎが起こる。

一方、球の回転拡散係数は $D_R=10^{-15} \text{ s}^{-1}$ の程度であり、1 秒あたりの回転ゆらぎは、と見積もることができる。これにより赤道では 10^{-10} m の変位がゆらぎにより生じる。例えば 1ms の観測時間を考えれば、ゆらぎはわずか $0.01 \text{ \AA}$ の程度である。

この系のもう一つの著しい特徴は、印加する電磁場に対して極めて迅速に応答する機械システムとなっていることであり、 $1 \mu\text{s}$ 秒という高速応答性が保障される。

さらに 23 年度は EMS システムを用いたアルコール水溶液粘性の精密計測について精細に行った。あわせて、今回のシステムにより定量評価が可能となった回転系における Navie-Stokes 方程式の非線形項の影響についても考察を行った。従来、粘性計測が液体の輸送や攪拌といった化学工学プロセスの設計・運用に用いられていた時代には、低粘性計測に対する需要はそれほど大きくはなかった。これは、これら水などの低粘性液体のマクロプロセスでは、Navie-Stokes 方程式を構成するいくつかの項のうち慣性および圧力勾配の項が優越し、粘性項の寄与がほぼ

無視できるという事情による。このため低粘性測定は専ら希薄溶液の反応モニタリングや物性研究等に用いられていた。

これに対し最近における微小液体プロセスの進歩は急速であり、このため最近では低粘性域における精密測定法への需要が大きくなっている。これに対応すべく、申請者を含む研究グループは自身が開発した EMS 方式に改良を加え、浮上型のディスク回転子を採用することにより機械摩擦の問題を解決した。

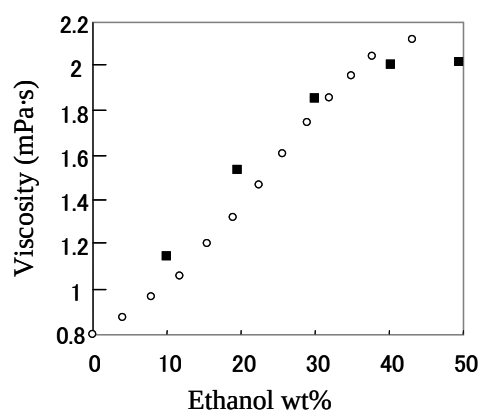


図 2 エタノール水溶液の粘性の濃度依存性。○が今回のデータ。■は Bigham らによるデータ*。

*E. C. Bigham and R. F. Jackson: Sci. Pap. Stand. 298 (1919).

ディスク型 EMS ではシャーレに入れた試料表面に浮力によって浮かべた金属製の回転子に、鉛直方向の成分を持つ磁場を印加してこれを回転させる。このとき動磁場により生成された誘導電流と磁場とのローレンツ相互作用により、回転子には自賠追隨する方向にトルクが印加される。このトルクによる回転の速さを計測することで、試料の粘性を精度よく計測することができる。

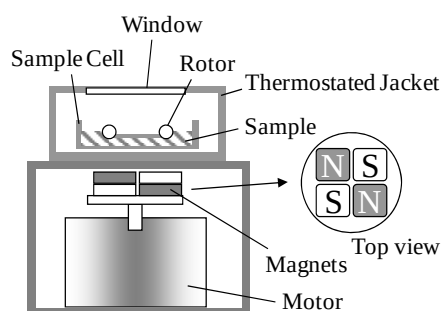


図 3 ディスク型 EMS 概略図

回転型粘度計では試料がニュートン液体の場合、トルクに比例した回転数が実現されるとするが、Navie-Stokes 方程式の非線形項の効果によりこれは厳密には成り立たない。

実験値では粘性の小さい試料において直線から外れ、非線形の効果が表れていることが確認できる。

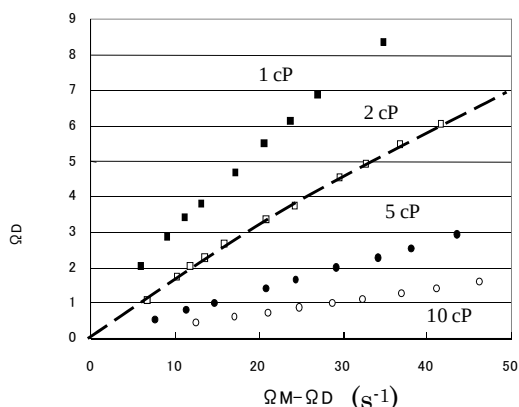


図4 低粘性溶液における回転数のトルク依存性。

当研究者を含むグループはまた、流体数値シミュレータを用いて回転円板の系における印加トルク及び回転数の関係を求めた。その結果は実験結果をよく再現することを確認した。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

〔雑誌論文〕(計2件)

①Keiji Sakai, Taichi Hirano, and Maiko Hosoda, Accurate Viscosity Measurement using Disk-Type Electromagnetically Spinning System, Applied Physics Express, vol. 5, 036601 (1-3), 2012 査読有
DOI: 10.1143/APEX.5.036601

②Maiko Hosoda, Taichi Hirano, and Keiji Sakai, Low Viscosity Measurement by Capillary Electromagnetically Spinning Techniques, Japanese Journal of Applied Physics, vol.50, 07HB03 (1-3), 2011. 査読有
DOI: 10.1143/JJAP.50.07HB03

〔学会発表〕(計6件)

①細田真妃子、EMS システムによる各種水溶液の高精度粘度測定、第32回超音波の基礎と応用に関するシンポジウム、京都大学(京都府)、2011年11月9日

②細田真妃子、EMS システムを用いた水・アルコール系溶液の高精度粘度測定、第59回レオロジー討論会、桐生市市民文化会館(群馬県)、2011年10月6日

③細田真妃子、EMS システムにおける測定粘

度域の拡張、第31回超音波エレクトロニクスの基礎と応用に関するシンポジウム、明治大学(東京都)、2010年12月6日

④細田真妃子、EMS システムを用いた超高粘性試料の高時間分解能測定、第58回レオロジー討論会、仙台国際センター(宮城県)、2010年10月4日

⑤Maiko Hosoda, Measurement of ultra-high viscosity by EMS system, 5th Pacific Rim Conference on Rheology, Hokkaido University(Hokkaido), 2010/8/2

⑥細田真妃子、EMS システムの高時間分解能・高粘性測定への応用、第55回音波と物性討論会、東京大学生産技術研究所(東京都)、2010年7月23日

〔その他〕

ホームページ

<http://phys.ru.dendai.ac.jp/~hosoda/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

細田 真妃子 (HOSODA MAIKO)

東京電機大学・理工学部・講師

研究者番号：40366406

(2) 研究分担者 なし

(3) 連携研究者 なし