

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 5 月 30 日現在

機関番号：12601

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2011～2013

課題番号：23656058

研究課題名(和文)液膜研究分野の創生のための液体薄膜の粘弾性を直接測定する手法の開発

研究課題名(英文)Development of measurement system for viscoelasticity of thin liquid films to generate scientific field of investigation of liquid films

研究代表者

美谷 周二郎(MITANI, Shujiro)

東京大学・生産技術研究所・助教

研究者番号：10334369

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,900,000円、(間接経費) 870,000円

研究成果の概要(和文)：本研究は液体薄膜の物性を研究する分野を創生するためにその粘弾性を測定する装置を開発することを目的としたものであり、振動するガラス基板に付着した微小液滴の振動観察および超高粘性液体の表面物性を絶対評価するための手法の開発を行い、基板上の液体振動モードと液体の表面張力、粘性などとの関係を明らかにした。また、超高粘度の液体でも表面張力と粘性を同時に1分程度で測定する手法の開発に成功し溶融するポリマーの表面張力の温度変化の観察などを行った。さらに、液膜研究の学問分野としての確立を目指した活動を行った。

研究成果の概要(英文)：The purpose of this work was development of a measurement system for the surface property of thin liquid film, such as surface tension and viscosity, and generation of the scientific field in which the properties of thin liquid films were investigated especially. In this work, the oscillation of a micro droplet on glass plate is analyzed and the relations between the oscillation mode and surface tension and viscosity of liquid were obtained. In addition, a measurement system was developed in which the surface tension and viscosity were measured at one time and quickly even when the sample liquid had quite large viscosity. With this system, the dependence of the surface tension of melting polymer to temperature near the glass transition temperature was investigated.

研究分野：液体表面物性

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：液体 薄膜 粘性 表面張力

1. 研究開始当初の背景

体積の充分ある液体に関しては、粘弾性や表面物性などといった液体の物性研究は古くから非常に多く行われ、そのための研究手法も数多く考案され、利用されている。ところが、おなじ液体でも厚みが数ミクロン程度の液体薄膜(液膜)に関しては引き伸ばすなどの形状変形から物性を推測する程度しか研究方法がない。さらに、固体基板上に展開した液膜では外力を加えることが難しいことからその物性を直接観察する手法は皆無といってよく、まともな研究が行われてこなかったのが現状であるが、実際にはペイントやコーティングなど、基板上的液膜は非常に広く利用されていることから、そうした液膜の物性を正確かつ直接に測定し研究することが重要であり、そのための研究手法を求める声が常に高いことが本研究の背景であった。

2. 研究の目的

上記背景のもと、本研究は、液膜物性研究を学問分野として創生するべく、液膜の粘弾性を簡便かつ迅速に測定するための新しい手法を開発することを目的とした。本研究で開発する手法は、液膜の形状変形ではなく液膜の乗った基板の共振周波数の変化から粘弾性を測定するものであり、これまでの振動型粘弾性測定手法とは異なるアプローチのものである。共振周波数の変化と液膜の粘弾性の関係を明らかにし、液膜物性の測定装置として確立する。さらに本手法を用いて、薄膜として液体の物性がどのように変化するかといった、液膜の研究を展開し、新たな学問分野として発展させることを目的とした。

3. 研究の方法

(1)平成23年度

本年度は液体薄膜の粘弾性を薄膜状態のまま測定するための「共振型液体薄膜粘弾性測定装置」の構築、具体的には、金属やガラスなどの固体で大きさが数 cm 四方程度、厚み 1 mm 程度の薄い基板上に試料液体を数 10 μm ほど塗り広げ、基板の側面にピエゾ圧電振動子を固定し、基板振動の振幅や位相の変化から液膜の粘弾性を求める装置を構築し、様々な試料に対して実験を行い基板として用いることのできる条件を明らかにするとともに、基板による液膜の粘弾性挙動の変化の検討を行う、という当初の計画に従い、振動するガラス基板上に付着した微小液滴の振動観察および超高粘性液体の表面物性を絶対評価するための手法の開発を行った。

(2)平成24年度

本年度は粘弾性測定に必要となる液体の密度を、基板上に数 10 μm ほど塗り広げた液体膜を基板ごと 3 次元的に振動させ、3 方向の共振状態から密度と粘弾性係数を分離して計測可能にする、という当初の計画および

前年度までに実施した研究の成果をもとに、インクジェット技術を利用し基板上に付着させた微小液滴の振動解析を進めるとともに微小液滴の基板との接触角の直接観察を行った。また、前年度に行った超高粘性液体の表面物性絶対評価法の開発を進め、昇温により硬化する塗料の表面張力の温度依存性や、逆に昇温により溶融するポリスチレンなどのポリマーの表面張力の温度変化の観察を行った。さらに、開発した表面物性評価法において低粘度の液体に対して液滴に定常振動を与えることが出来ることを利用した粘度測定法の開発に着手した。

(3)平成25年度

本年度は膜厚の違いによる粘弾性挙動の変化など液膜特有の現象の研究を進めるとともに、できるだけ多くの測定データを収集し、本測定装置の有用性を学界および産業界にアピールし学問分野としての確立を目指す、という当初の計画に従い、膜厚の違いによる粘弾性挙動の変化など液膜特有の現象の研究を進めるとともに、できるだけ多くの測定データを収集し、本測定装置の有用性を学界および産業界へのアピールを行った。

4. 研究成果

(1)研究の主な成果

平成23年度に実施した液滴振動観察の結果、基板上的液体振動モードが液体の表面張力、粘性、および基板との接触角によって決定され理論的見積もりと実験結果が一致することを明らかにした。インクジェット技術により吐出された微小液滴を、表面処理を施し接触角を制御したガラス基板上に衝突させ、その振動を観察した結果、図1のような振動を観察することに成功し、接触角によって振動モードの次数が異なることを見いだした。

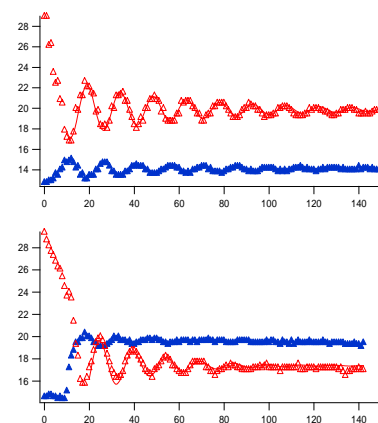


図1 接触角 105° と 85° での液滴振動

また、超高粘性液体の表面物性評価に関しては、従来測定が困難であった水の 100 万倍の粘性を持つシリコンオイルにおいて表面張力と粘性を同時に 1 分程度で測定する手法の開発に成功した。粘度の高い液体では表面形状が安定するまでに長時間を要するた

め表面物性を測定することが困難であったが遠心力を利用して液体を迅速に変形させることで図2のような液体形状変化を短時間で観察できるシステムの開発に成功し表面張力と粘性の短時間での取得に成功した。

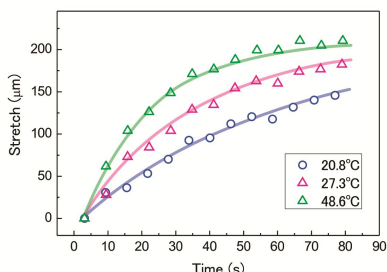


図2 高粘度シリコンオイルの変形

平成24年度に実施した、微小液滴の基板との接触角の直接観察の結果、不完全ぬれを示す液体に対しては液滴振動が表面張力を復元力とする固有振動を示すこと、完全ぬれを示す液滴の濡れ広がり速度が Tanner 則に従うことが確認された(図3)。また、前年度に引き続き行った超高粘性液体の表面物性

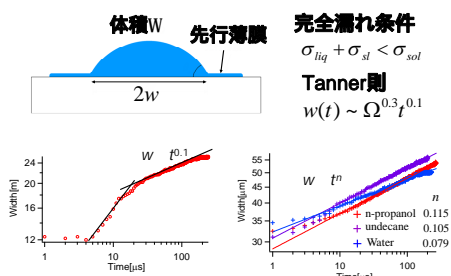


図3 液体のぬれ現象解析

絶対評価法開発では、ポリマーではガラス転移温度付近で急激に表面張力が大きくなる事が明らかとなり(図4)、従来では重要視されていなかった高粘性液体の表面張力の温度依存性が低温域では重要であることが確認された。さらに、開発した表面物性評価法において低粘度の液体に対して液滴に定常振動を与えることが出来ることを利用した粘度測定法の開発に着手した。

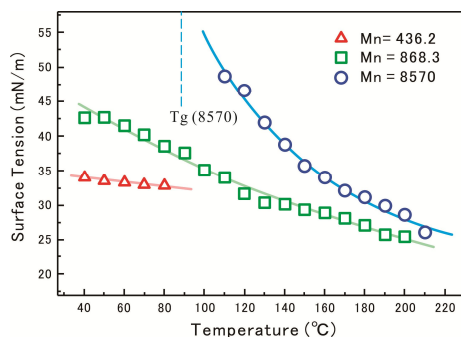


図4 ガラス転移点近傍での表面張力変化

最終年度である平成25年度に実施した研究は、前年度着手した表面物性絶対評価法による定常振動粘度測定法の開発・評価を進め、液滴の励起振動周波数と粘度の関係を明ら

かにし低粘度液体でも本手法により粘度測定が可能であることを確認した(図5)。また、

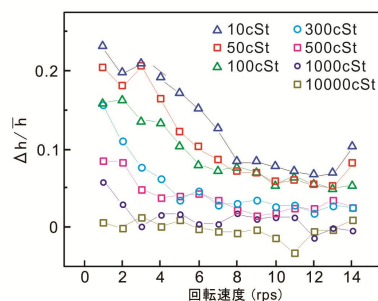


図5 粘度特性解析結果

本年度までの研究成果を研究会等で紹介するなどし、液膜研究の学問分野としての確立を目指した活動を行った。

(2) 得られた成果の国内外における位置づけとインパクト

本研究により得られた成果はこれまで観察することが難しかった状態にある液体の基礎物性を研究可能にしたという点で、液体研究の新たな1歩となる成果である。特に表面張力と粘性を同時に1つのシステムで測定できることは液体表面物性の研究にとって画期的であり国内外の液体研究へのインパクトは非常に大きいものと思われる。また、液体薄膜の研究分野の創生という本研究の当初の目的に対して、液体と基板との接触特性を詳細に解析することを可能とし種々の現象を明らかにした本研究成果は、学术界・産業界の発展に大きな意義を持つものである。

(3) 今後の展望

本研究のこれまでの成果では、液体の振動状態を解析する際に顕微鏡で直接液体の形状を観察する方がセンサーなどを利用した電気信号による解析よりも精度が良いことが分かっており、研究成果としては十分な結果が得られているが、観察方法として非効率的であることも確かであり、本研究成果の広い利用を促進し学術分野を打ち立てるといふ本研究の当初の目的を達成するには不十分であると考えられるため、今後はより効率の良い観察手法を導入し、研究成果をより活用しやすい形に発展させる予定である。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計3件)

美谷周二朗、酒井啓司、ReD法を用いた溶融ポリマーの表面張力測定、電子情報通信学会技術研究報告、査読無、113、2013、73-76

美谷周二朗、高表面張力かつ高粘性液体の物性測定、電子情報通信学会技術研究報告、査読無、112、2012、23-27

S.Mitani and K.Sakai, Development of

revolving drop surface tensiometer、
Rev.Sci.Instrum.、査読有、Vol.83、2012、
015101-1-4
DOI:10.1063/1.3673473

〔学会発表〕(計6件)

美谷周二朗、酒井啓司、ReD 法を用いた
液体の表面張力と粘性の測定、第62回高
分子討論会、2013年9月12日、金沢大
学(石川)

美谷周二朗、酒井啓司、ReD 法を用いた
溶融ポリマーの表面張力測定、第58回音
波と物性討論会、2013年7月30日、九
州大学(福岡)

美谷周二朗、塗布膜の乾燥過程を評価す
るための表面張力、粘性測定技術、技術
情報協会セミナー(招待講演)、2012年6
月27日、ゆうぼうと(東京)

美谷周二朗、高表面張力かつ高粘性液体
の物性測定、超音波研究会、2012年5月
28日、機械振興会館(東京)

美谷周二朗、酒井啓司、ReD 法による高
粘性液体の迅速粘性測定、第59回応用物
理学関係連合講演会、2012年3月17日、
早稲田大学(東京)

美谷周二朗、酒井啓司、ReD 法によるガ
ラス転移近傍でのポリマーの表面張力測
定、第72回応用物理学会学術講演会、
2011年8月31日、山形大学(山形)

〔図書〕(計0件)

〔産業財産権〕

出願状況(計0件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
出願年月日：
国内外の別：

取得状況(計0件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
取得年月日：
国内外の別：

〔その他〕

ホームページ等

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

6. 研究組織

(1) 研究代表者

美谷 周二朗 (MITANI, Shujiro)

東京大学・生産技術研究所・助教
研究者番号：10334369

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

平野 太一 (HIRANO, Taichi)

東京大学・生産技術研究所・技術職員
研究者番号：00401282