

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 10 日現在

機関番号：82706

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2011～2013

課題番号：23740304

研究課題名(和文)浸液透光法 - PTV法を用いた高速剪断場の懸濁液内部構造その場観察手法の開発

研究課題名(英文)Development of an in-situ observation method for internal structures in fine particle suspensions at high shear-rate using the liquid immersion technique coupled with PTV method

研究代表者

西浦 泰介(NISHIURA, Daisuke)

独立行政法人海洋研究開発機構・地球内部ダイナミクス領域・研究員

研究者番号：60509719

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,400,000円、(間接経費) 1,020,000円

研究成果の概要(和文)：固体微粒子懸濁液のレオロジー挙動を明らかにするために、剪断流動している懸濁液内部の粒子構造を可視化する実験手法の新規開発を行った。まず、浸液透光法の原理を応用して、アクリル粒子と屈折率が等しいシリコンオイルを混合することで、粒子濃度が高くても、非常に高い透明性を有した懸濁液の作成に成功した。さらに、この懸濁液を高濃度塩水の上に滴下し薄い膜を形成させ、そこにPIV可視化用レーザーを照射することによって、高濃度懸濁液中の微粒子や液体の2次元挙動を可視化することが可能になった。

研究成果の概要(英文)：We performed new development of the experimental technique to visualize an internal structure in the fine particle suspension on high shear conditions in order to clarify the rheological behavior of the suspension. At first we applied a principle of the immersion liquid method and succeeded in making of the suspension which had very high transparency by mixing an acrylic particles and a silicone oil, even if particle density was high. Furthermore, I was able to visualize two dimensional behaviors of fine particles and liquid in a high density suspension by irradiating this suspension with a PIV laser, where the suspension was dropped on highly-concentrated salt water that forms a thin film of the suspension.

研究分野：数物系科学

科研費の分科・細目：物理学、数理物理・物性基礎

キーワード：レオロジー 可視化 微粒子 懸濁液 混相流

1. 研究開始当初の背景

顔料インクやセラミックススラリー、高分子材料の様に、固体粒子が液体に分散した懸濁液は工業的に広く利用されている。そのレオロジーは高濃度化や高い剪断速度で非ニュートン性が顕著に表れるため、学術的に非常に興味深い研究が実験およびシミュレーションによって多くなされてきた。一方、工業的には生産性を上げるためにプロセスの高速化が進み、高品質な製品を得るために高速剪断場で扱われる懸濁液の非ニュートンレオロジーについて正確な理解が求められている。しかし、懸濁液のレオロジーは粒子構造や流体の流れと密接に関係していることが知られているが、流体の流れや粒子挙動に関する微視的な観察が難しく検討が不十分であったために、非ニュートンレオロジーの原因を明確にできていない。

2. 研究の目的

本研究では濃厚系固体粒子懸濁液の内部構造変化を実験観察する手法を開発し、高速剪断場における懸濁液の非ニュートンレオロジー発生メカニズムを明らかにする。これまで、懸濁液の粘度に対する粒子濃度や剪断速度の影響は実験的に測定が多くなされてきたが、高濃度で高速に動く懸濁液内部の構造観察は従来の実験手法では非常に困難であり、内部構造と粘度の関係が明らかにされていない。一方で、数値シミュレーションによって内部構造が解析されているが、実験による観察結果との比較が乏しいために本当に真実なのか疑心暗鬼になる点が多い。そこで本研究では、高速剪断場における高濃度懸濁液中の粒子挙動を可視化する新しい実験手法の開発を行う。

3. 研究の方法

剪断流動する懸濁液内の粒子構造を可視化するために浸液透光法と PIV あるいは PTV 法のカップリング手法を確立し、可視化と同時に剪断応力を測定する実験装置の設計および開発を行う。

まず、浸液透光法に最適な液体と粒子の組み合わせを選定する。浸液透光法とは屈折率が限りなく等しい粒子と液体を混ぜ合わせることで、粒子に対する光の散乱を無くし、液体中の粒子を透明化する方法である。なお懸濁液には、懸濁液中の流体の流れを可視化するために、少量の可視化用蛍光粒子 (EBM Co., FLUOSTAR) を懸濁させた。調製した懸濁液のレオロジーはブルックフィールド粘度計 (英弘精機, LVDV-II + Pro) を用いて計測する。この時、粘度計に付属の金属製サンプル管では中が見えないため、透明アクリル製のサンプル管を新たに作製して用いる。サンプル管に懸濁液を入れ粘度計にセットし、PIV レーザー (カトウ光研, GB2500) を照射することによって、レーザー光によって励起された蛍光粒子の動きを高速カメラ (フォ

トロン, FASTCAM SA3) を用いて動画撮影する。この蛍光粒子の運動を動画解析ソフト (カトウ光研, Flow expert 2C) で追跡することによって、懸濁液内部の流体の流れを把握することができる。さらに、アクリル粒子は粒子表面でレーザー光を散乱させるため、その散乱光を捕えることによって、アクリル粒子の追跡も可能と考えられる。以上の方法により、懸濁液内部の流体の流れと固体粒子挙動が鮮明に可視化されることを確認する。

4. 研究成果

まず、実験に用いる粒子として、粒子が液体中で重力落下するのを防ぐために、比重が 1 に近いアクリル粒子 (粒子径 $50\mu\text{m}$, 屈折率 1.49, 東洋紡タフチック FH-S050) を採用することにした。このアクリル粒子と等しい屈折率の液体を、二種類のシリコンオイル (信越シリコン KF-53, HIVAC-F-5) を混合して作製した。図 1 は、懸濁液を入れたガラスサンプル瓶を文字が書かれた紙の上に置いた場合と横から見た写真で、調製した懸濁液の透明度を示している。

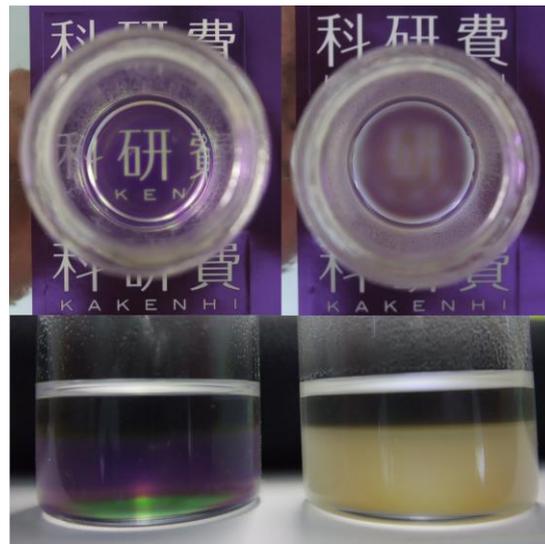


図 1 懸濁液の透明度

図 1 の右側のサンプル瓶は KF-53 のシリコンオイルのみにアクリル粒子を分散させたもので、図 1 の左側が KF-53 と HIVAC-F-5 を混合して適切な屈折率に調整したシリコンオイルを用いた結果である。今回の場合は KF-53 と HIVAC-F-5 の混合割合は質量比で 1 : 0.05 である。なお、懸濁液中のアクリル粒子は十分に時間が経過し、全て重力落下し沈殿した状態である。屈折率を適切に調整した懸濁液は、文字が透けるほど透明であり、また横から見ても、薄らとアクリル粒子が沈殿している層が見える程度である。この様に、アクリル粒子が高濃度に充填された状態でも非常に高い透明度を得ることができた。

つぎに、浸液透光法を用いても完全には透明にならないため、懸濁液層が厚いと懸濁液内部の様子が不鮮明になってしまう。そこで、高濃度の塩水にアクリル粒子とシリコンオイルの懸濁液を数滴滴下し、懸濁液の膜を塩水上に形成させる方法を考案した。これにより、懸濁液の層厚は非常に薄くなり可視化が容易になった。さらに、膜内での疑似的な二次元運動となるため、粒子の重力落下による影響を限りなく小さく抑えることもできた。この様に調製した試料の可視化実験を行うために制作した実験装置を図2に示す。

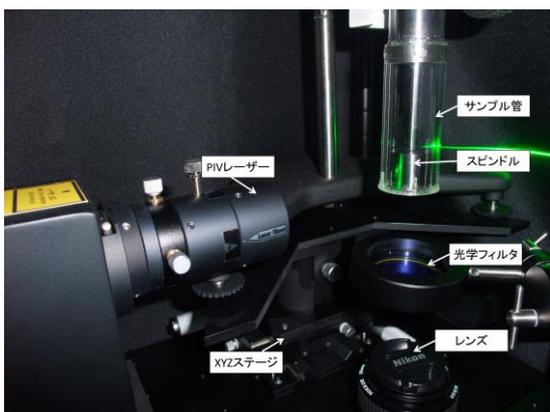


図2 実験装置図

PIV レーザーをサンプル管に横から照射し、粘度計の回転するスピンドルとサンプル管壁の間、わずか2 mm程度の間が存在する懸濁液の流動を下から高速カメラで撮影する仕様になっている。また、レーザー光は波長が532 nmの緑色で、蛍光粒子は波長580 nm程度のオレンジ色に発光する。そのため、550 nm以上の波長のみを通すロングパスフィルター (Semrock Inc., BLP01-532R) をカメラとサンプル管の間に設置し、サンプル管壁やアクリル粒子による散乱光を排除して蛍光粒子のみを鮮明に撮影できるように改良した。反対に、波長532 nm付近の光のみを透過させるバンドパスフィルターを設置することで、緑色の光を散乱させているアクリル粒子のみの運動を撮影できるようにもした。この様にサンプル管とスピンドルの間の厚み2 mm程度の微小な領域において、大きさ50ミクロン程度の微粒子の動きを捕える必要があるため、通常であれば顕微鏡用のレンズが必要である。しかし、顕微鏡用レンズの拡大倍率は非常に高いが、光に対する感度が非常に低く、また価格も高価である。そのため、顕微鏡レンズを用いて可視化するためには、出力が非常に高いレーザー光源を用いる必要があるが、レーザーの価格も非常に高価で用いることができない。そこで、一眼レフカメラ用の望遠レンズ (Nikon, AF Nikkor 80-200mm f/2.8D) と広角レンズ (Nikon, Nikkor 20mm f/2.8)

を合体させて、低価格で高感度の拡大レンズを作製した。図3に作製したレンズを示す。



図3 拡大レンズ

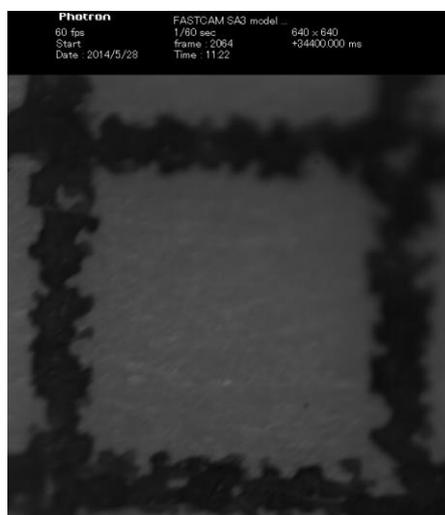


図4 拡大レンズによる撮影例

図4はそのレンズを用いて蛍光灯下でマス目 (マス目の大きさは2 mm角) を撮影した結果を示している。撮影速度は60 fps (1秒あたり60フレーム) で撮影している。この様に、3 mm四方を640 pixel×640 pixel で (1 pixel 当り5ミクロンで) 撮影することができたため、50ミクロン程度の粒子であれば十分に映像として捕えることが可能になった。

最後に、調製した懸濁液に PIV レーザーを照射し、実際に懸濁液内部を撮影した画像を図5に示す。レーザーの出力は2.5 Wで、撮影速度は図5 (a) (b)が250 fps、図5 (c)は60 fpsである。図5 (a)の光学フィルターを付けなかった場合に比べて、図5 (b)のロングパスフィルターを付けた場合では、レーザーによる散乱光をカットすることができ、可視化粒子の蛍光をより鮮明に捕えることができた。しかし、薄い霧がかかった大きめの粒子も俄かだが確認される。これは、可視化粒子の蛍光をアクリル粒子が散乱している

状態が写っているためと考えられる。一方、バンドパスフィルターを付けた図5(c)では、散乱光の光量が弱く、撮影速度も落とさざるをえなかった。またサンプル管壁によるレーザー光の散乱もあるために画像も不鮮明ではあるが、丸い大きめの粒子、つまりレーザー光を散乱しているアクリル粒子を確認することができた。しかし、図5(b)と比較して、可視化粒子と思われる小さな粒子が図5

(c)でも同じ位置に確認できる箇所が多くある。可視化粒子もレーザー光を散乱しているのか原因が不明であるため、今後検討する必要がある。

以上のように開発した懸濁液中の粒子構造および流体の流れを可視化する実験装置および手法を開発した。本手法を用いることによって、今後剪断流動状態にある懸濁液中の粒子-流体挙動とレオロジー特性の関係を十分に評価できる可能性が出てきた。

5. 主な発表論文等

該当なし

6. 研究組織

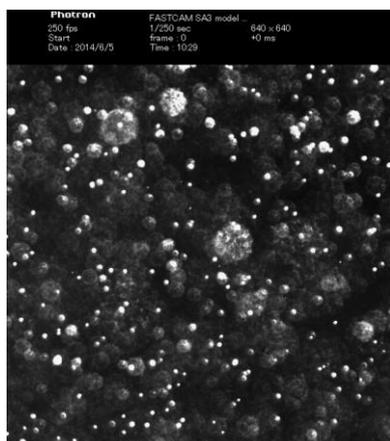
(1) 研究代表者

西浦 泰介 (NISHIURA, Daisuke)

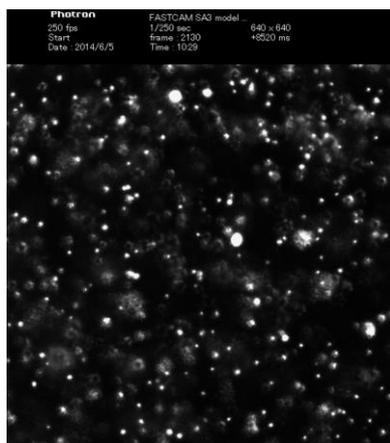
独立行政法人海洋研究開発機構・地球内部

ダイナミクス領域・研究員

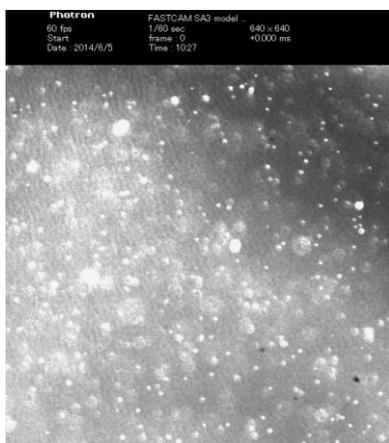
研究者番号：60509719



(a) フィルター無しの場合



(b) ロングパスフィルターを付けた場合



(c) バンドパスフィルターを付けた場合

図5 懸濁液内部の可視化画像