

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 30 年 6 月 18 日現在

機関番号：12601

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2014～2017

課題番号：26600132

研究課題名(和文)電磁回転(EMS)システムによる粘性測定標準法構築への挑戦

研究課題名(英文)Development of viscosity standard with Electro-Magnetically Spinning System

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) 2,900,000円

研究成果の概要(和文)：磁気浮上によりグラファイト円板を気体中に保持し、気体の粘性測定を行うシステムを開発した。このシステムにより気体の種類が粘性測定によって同定できることが確認された。さらに高精度測定を目指すため、浮上のための磁石による磁場の空間的な不均一が、回転するプローブに対して制動をかける効果について実験により検証した。さらに高真空状態にすることで見かけの粘性を小さくして測定を行った。この測定により到達した粘性の大きさはおよそ純水の1/100,000であり、原理的にはこの制度で粘性測定が可能であることを実証した。

研究成果の概要(英文)：We developed a new measurement system of gas viscosity employing a magnetically levitated disk probe. From the results of the relation between the applied torque and the rotational speed of the disk probe obtained for various kinds of gases, we successfully found that the  $f$  gases can be distinguished by their viscosity. For more accurate measurement, we examined the braking effect brought about by the inhomogeneity of the static magnetic field applied for the levitation. We then measured the gas viscosity at low pressures using the high vacuum chamber, where the apparent gas viscosity decreases due to the decrease of the carrier molecules of momentum. The achieved value of the lowest viscosity is 1/100,000 of that of the pure water, which is in principle the possible accuracy of the viscosity measurement.

研究分野：ナノレオロジー工学

キーワード：レオロジー 粘性 弾性 標準 気体 電磁スピニング

### 1. 研究開始当初の背景

液体の物性は、輸送・混合・分離・攪拌などの基本的流体プロセスを設計する上で工学的に極めて重要なパラメータであるのみならず、その歪速度・温度・圧力などの依存性から物質の分子レベルの構造とダイナミクスを研究する上で貴重な情報を提供する。さらに最近では血液粘度から疾病リスクを評価するといった医療・バイオ応用への途が拓かれつつある。このように粘性はあらゆる液体プロセスを特徴づける重要な物理量であるにもかかわらず、その公定法は旧来の「原器」を用いる方法論から一歩も外に出ていないのが現状である。しかし世界における粘性の標準公定法は米国に置かれているガラス製の毛細管式粘度計であり、粘度標準はこれを用いて計測された標準液体の粘性をもってこれにあてている。このようにあらゆる科学分野の単位が SI 単位系を標準として再構築されようとしているなかで、流体プロセスを扱う業種分野だけがいまだに旧来の標準にとらわれている。

### 2. 研究の目的

我々はこれまでの研究で、非接触で粘性を計測する EMS システムの開発とその市場展開に取り組んできた。(図1)非接触・ディスプレイ・特殊環境対応可能という特質を活かしてこれを製品化し化学・食品・医療の各分野に展開する一方で、従来の粘度計の性能をはるかに凌駕する高精度・低粘性対応の磁気浮上型 EMS 法を完成させた。この新しい技術を用いれば、粘性の標準をより優れた形で再硬直できる可能性が見いだされた。

本研究で我々は、最終的に粘性測定の世界標準法を提案し、これを日本から発信するための要素技術を完成させることを目標とした。もちろん本研究の成果のみで直ちに粘性の国際標準測定法が完成することはなく、その後の緻密な計測結果の蓄積と、さらには国内外の計量標準機関との協力が必要であることは言うまでもない。しかし我が国発の技術をもって測定標準を構築することの意義は学術的にもまた産業応用上も大きい。

### 3. 研究の方法

#### (1)真空環境での EMS 駆動実験による絶対誤差の評価

真空槽内磁気浮上 EMS システムを用いて、粘性の絶対値測定の誤差要因となるプロープ回転時のエネルギー散逸機構を詳細に検討する。当初のシステムは標準状態にある気体の粘性を 0.1%の精度で計測することが可能であり、かつ全く同一の構成で液体の粘性までそのダイナミックレンジを拡張することができるここでは他の要因による粘性の絶対値測定への誤差要因を実験的に検証するために、試料槽内の気体を排気して理想的なゼロ粘性の環境を実現する。ゼロ粘性極限に近い環境を実現して絶対値の校正を行う

ために、回転プロープの巨視的サイズと分子の平均自由行程が同程度となる低圧環境を生成する。

#### (2)粘性の絶対測定精度の検証

完成したシステムを用いてまず各種の気体について粘性の計測を行い、過去の文献値と比較することによって測定性能を評価する。さらに試料を高粘性を示す液体にまで拡張し、本システムのみで適用可能な粘性測定のダイナミックレンジを実験的に検証する。この領域の広さが粘性標準測定法としての能力を決定するため、 $10^3 \text{ Pa}\cdot\text{s}$  程度の高粘性領域で予測される  $10^{-3} \text{ rad/s}$  程度の回転子の回転数を光学的手法、例えばスペクル解析により精度よく決定する手法を開発する。

### 4. 研究成果

#### (1)真空環境での EMS 駆動実験による絶対誤差の評価

磁気浮上により粘性測定のプロープとなるグラファイト円板を気体中に保持し、さらに水平方向に回転する磁場を印加することによりプロープを回転させ、気体の粘性測定を行うシステムを開発した。このシステムにより各種の気体におけるプロープへの印加トルクとプロープの回転数の関係を示したグラフを図1に示す。この結果から気体の種類が粘性測定によって同定できていることがわかる。このグラフの傾きから得られる粘性の値は文献値と非常によく一致した。

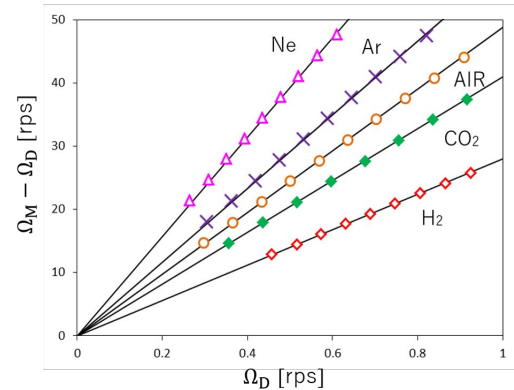


図1 気体における粘性測定結果。

さらに高精度測定を目指すため、浮上のための磁石による磁場の空間的な不均一が、回転するプロープに対して制動をかける効果について実験により検証した。得られた値は不均一磁場中の導体の回転を考慮した理論により定量的に説明することができた。この結果を踏まえて適切な補正を施すことにより、純水の粘性の 1/10,000 程度の低粘性が測定できる可能性が示される。これを確認するために高真空状態にすることで運動量を輸送するキャリアとしての分子数を減少させ、見かけの粘性を小さくして測定を行った。その結果を図2に示す。

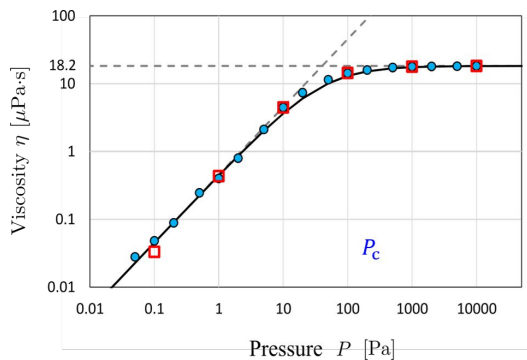


図2 気体粘性の圧力依存性.

一般に気体の粘性は減圧によりキャリア個数が減少しても、個々の分子の平均自由行程が増加するために圧力依存性を示さないが、特徴的距離、今回のシステムの場合では回転子とその下部にある磁石との間のギャップ長に比べて平均自由行程が大きくなると、現象がバリスティックなふるまいを示すため、見かけの粘性が減少する。図2ではこの様子が明確に示されており、低圧における気体粘性の測定を精度良く行っていることがわかる。

この測定により到達した粘性の大きさはおよそ純水の  $1/100,000$  であり、原理的にはこの制度で粘性測定が可能であることを実証した。

## (2) 粘性の絶対測定精度の検証

電磁スピニング(EMS)粘度システムでは、電磁的に遠隔作用するトルクを用いてプローブとなる金属球を回転させ、球が浸っている試料液体の粘度を測定する。これにより低粘度領域 ( $10 \text{ mPa}\cdot\text{s}$  以下) あるいは低せん断速度領域 ( $10^{-2} \text{ 1/s}$  付近) の高精度測定が簡便に行えるようになった。本研究ではこのディスク EMS 法を用いた、これまでとは質的に異なる新しい粘弾性評価法を開発した。

従来、粘弾性評価は B 型あるいは E 型粘度計などを用いた振動測定によって行われてきた。これらの手法は歪み制御方式であり、回転子のある一定の歪みあるいは歪み速度で機械的に振動させ、試料を介して伝わるトルクの振幅と位相を検出する。このデータから応答関数の実部 (貯蔵弾性率)  $G'$  と虚部 (損失弾性率)  $G''$  を求め、応答の変化を見ることで粘弾性特性を調べる。その結果、 $G'$  と  $G''$  が交差する周波数、時間、あるいは温度をゲル化点、つまり液体的振る舞いをするゾル領域と固体的振る舞いをするゲル領域の境界と解釈することが慣例となっている。この振動測定で温度変化や化学反応によってゾル-ゲル転移を示すような系を測定する場合、この概念的かつ形式的に決められたゲル化点で本当に状態変化が起こっているか、また、転移点近傍で試料がゾルなのかゲルなのかを判別することは、実は困難で

あった。

EMS システムでは、回転子を貫く磁場を時間的に変動させることで回転子内部に発生する渦電流と、その変動磁場とのローレンツ相互作用により、非接触でトルクを印加する。我々は、この非接触トルク制御方式によってゾル-ゲル転移を示す試料を測定した場合、ゾル状態であれば回転子は粘度の逆数に比例する速度で回転し続ける一方、ゲル状態では弾性率の逆数に比例する角度分回転した後、静止する、という単純かつ明かな識別ができることに着目した。特に、回転子が試料液体に浮上しているディスク型 EMS では、検出の妨げになる摩擦の影響が全くないため、極微小トルクによる低歪領域でのゾル/ゲル状態の判定や真の転移点の高精度測定が期待できる。

本測定手法によってゲル状態の試料を測定する際の回転子の挙動を説明する。トルク印加時には、直後に回転が始まりある一定角度回転した状態で回転子は静止する。その後トルク印加を続けても回転子は静止したままである。この状態でトルク印加を停止すると、引き延ばされていたばねが自然長に戻るよ

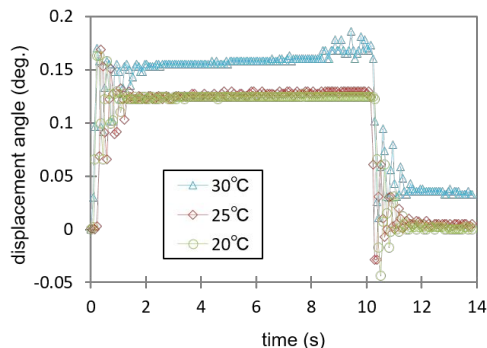


図3 ゲル化における回転子の動作.

うに逆方向に回転しトルク印加前の初期位置まで復元する。この定常トルク印加時の回転角度と印加トルクの関係からゲル強度 (ずり弾性率) を求めることができ、試料として CTAB ひもミセル溶液 (CTAB/NaSal 比 1.0) を用いた結果と、ゾル状態の試料に対する挙動、およびトルク印加/停止直後に見られた振動挙動についても報告をする。

上述の CTAB/NaSal 水溶液のうち  $20 \text{ mM}$  の試料に対して温度を変えながら、周期  $10 \text{ 秒}$  の矩形トルクに対する回転角度の時間変化を図に示した。20、25 のデータはトルク ON (0~10 秒) の定常状態で回転が止まり、トルク OFF 後に初期位置に戻るというゲルに特徴的な挙動を示した。一方、30 ではトルク ON 時に回転し続け、トルク OFF 後に逆回転するが初期位置まで完全には戻らないという挙動が見られ、粘弾性液体であることが示唆された。

ここで、測定時のずり歪みの大きさを見積っておく。回転子の半径が  $15 \text{ mm}$  であり、液

体の厚みは 1.5 mm であることから 0.1° の回転変位は約 0.017 の歪みに対応することになる。この歪みの大きさと印加トルクの大きさから弾性率を求めた結果、2.7 Pa という値を得た。また、30 のデータは、復元できなかった角度分 (0.04°) を 10 s かけて回転したと考えれば、測定時の歪み速度は  $6.8 \times 10^{-3}$  1/s と見積もることができる。このような非常に低い歪み速度下での粘弾性を測定した結果は報告例が少なく、巨視的な秩序を有するソフトマテリアルに特有の“ゆっくりな挙動”を直接観察することによって、物性解明の手がかりを得ることが期待される。

#### 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 6 件)

1. Dynamic viscoelasticity measurement under alternative torque using electromagnetically spinning method with quadruple electromagnets, Y. Matsuura, T. Hirano, and K. Sakai, Rev. Sci. Instrum., vol. 88, pp. 075101 1-5, 2017, DOI: 10.1063/1.4991821

2. Accurate and fast creep test for viscoelastic fluids using disk-probe-type and quadrupole- arrangement- type electromagnetically spinning systems, T. Hirano and K. Sakai, Appl. Phys. Express, vol. 10, pp. 076602 1-4, 2017, DOI: 10.7567/APEX.10.076602

3. Simple and accurate determination of sol-gel phase transition point using disk-type electromagnetically spinning viscosity measurement system, T. Hirano and K. Sakai, Jpn. J. Appl. Phys., Vol. 56, pp. 07JC02 1-3, 2017, DOI: 10.7567/JJAP.56.07JC02

4. Gas viscosity measurement with diamagnetic-levitation viscometer based on electromagnetically spinning system Y. Shimokawa, Y. Matsuura, T. Hirano, and K. Sakai, Rev. Sci. Instrum., Vol. 87, pp. 125105 1-4, 2016, DOI: 10.1063/1.4968026

5. Increased blood viscosity in ischemic stroke patients with small artery occlusion measured by an electromagnetic spinning sphere viscometer, K. Furukawa, T. Abumiya, K. Sakai, M. Hirano, T. Osanai, H. Shichinohe, N. Nakayama, K. Kazumata, K. Hida, and K. Houkin, J. Stroke Cerebrovasc. Dis., Vol. 25, pp. 2762-2769, 2016, DOI: 10.1016/j.jstrokecerebrovasdis.2016.07.031

6. Measurement of human blood viscosity by an electromagnetic spinning sphere viscometer, K. Furukawa, T. Abumiya, K. Sakai, M. Hirano, T. Osanai, H. Shichinohe, N. Nakayama, K. Kazumata, T. Aida, and K. Houkin, J. Med. Eng. Technol., Vol. 40, pp. 285-292, 2016, DOI: 10.1080/03091902.2016.1181216

[学会発表](計 36 件)

1. '17.10.25 The 38th Symposium on UltraSonic Electronics (USE 2017), Relaxation behavior of blood viscosity assessed by RheoSpec viscometer, T. Hirano, M. Hirano, S. Mitani, and K. Sakai

2. '17.10.17 第 65 回レオロジー討論会, Disk-EMS 法によるマイクロ粒子分散系と血液の流動特性の比較, 平野太一, 美谷周二朗, 酒井啓司

3. '17.10.17 第 65 回レオロジー討論会, EMS (電磁回転) システムの低粘性高精度測定への展開, 酒井啓司, 平野太一, 山川義和, 岡田洋二

4. '17.10.17 第 65 回レオロジー討論会, ディスク型 EMS システムによる液体表面 2 次元フラクタル相の観察, 細田真妃子, 岡部応和, 酒井啓司

5. '17.10.08 The Society of Rheology 89th Annual Meeting, Measurement of blood rheology using RheoSpec viscometer with EMS method, T. Hirano and K. Sakai

6. '17.10.08 The Society of Rheology 89th Annual Meeting, Accurate measurement of low viscosity liquid at low shear-rate range by Rheology Spectrometer, Y. Yamakawa, Y. Okada, and K. Sakai

7. '17.10.08 The Society of Rheology 89th Annual Meeting, Hyper time-resolution rheology measurement by airborne liquid droplet analysis, K. Sakai, S. Mitani, and Y. Yamakawa

8. '17.07.27 第 62 回音波と物性討論会(第 9 回ナノレオロジー研究会), ディスク型 EMS システムによる液体表面フラクタル相の表面粘性測定, 細田真妃子, 岡部応和, 酒井啓司

9. '17.07.27 第 62 回音波と物性討論会(第 9 回ナノレオロジー研究会), 高精度型 Disk-EMS レオメータの開発とヒト血液のレオロジー測定, 平野太一, 平野美希, 美谷周二朗, 酒井啓司

10. '17.04.03 Annual European Rheology Conference 2017 , Development of RheoSpec viscometer based on EMS method, S. Mitani, M. Hirano, T. Hirano, and K. Sakai
11. '17.04.03 Annual European Rheology Conference 2017, Measurement of Surface Visco-elasticity by EMS method, K. Sakai, M. Hosoda\*, and T. Hirano
12. '17.10.25 The 38th Symposium on UltraSonic Electronics (USE 2017), Relaxation behavior of blood viscosity assessed by RheoSpec viscometer, T. Hirano, M. Hirano, S. Mitani, and K. Sakai
13. '17.10.17 第 65 回レオロジー討論会, Disk-EMS 法によるマイクロ粒子分散系と血液の流動特性の比較, 平野太一, 美谷周二朗, 酒井啓司
14. '17.10.17 第 65 回レオロジー討論会, EMS (電磁回転) システムの低粘性高精度測定への展開, 酒井啓司, 平野太一, 山川義和\*, 岡田洋二
15. '17.10.17 第 65 回レオロジー討論会, ディスク型 EMS システムによる液体表面 2 次元フラクタル相の観察, 細田真妃子, 岡部応和, 酒井啓司
16. '17.10.17 第 65 回レオロジー討論会, Disk-EMS 法による粘弾性測定の実現, 美谷周二朗, 平野太一, 酒井啓司
17. '17.10.08The Society of Rheology 89th Annual Meeting, easurement of blood rheology using RheoSpec viscometer with EMS method, T. Hirano and K. Sakai
18. '17.10.08The Society of Rheology 89th Annual Meeting, Accurate measurement of low viscosity liquid at low shear-rate range by Rheology Spectrometer, Y. Yamakawa, Y. Okada, and K. Sakai
19. '17.07.27 第 62 回音波と物性討論会 (第 9 回ナノレオロジー研究会), ディスク型 EMS システムによる液体表面フラクタル相の表面粘性測定, 細田真妃子, 岡部応和, 酒井啓司
20. '17.04.03 Annual European Rheology Conference 2017 , Measurement of Surface Visco-elasticity by EMS method, K. Sakai, M. Hosoda, and T. Hirano
21. '16.03.19 応用物理学会春季学術講演会, 液面浮上型ディスク EMS システムにおける流動抵抗トルクの解析, 平野太一, 松浦有祐, 平野美希, 酒井啓司
22. '15.12.15 The International Chemical Congress of Pacific Basin Societies 2015 Accurate measurement of surface viscosity for dilute surfactant monolayer with electromagnetically spinning system, T. Hirano and K. Sakai
23. '15.11.05 The 36th Symposium on UltraSonic Electronics (USE 2015), Measurement of viscoelasticity of condensed molecular layer on water surface by EMS system, M. Hosoda, T. Fujimoto, T. Hirano, and K. Sakai
24. '15.10.11 The Society of Rheology 87th Annual Meeting, Shear thinning behavior of surface viscosity for surfactant monolayer at low shear rate, T. Hirano and K. Sakai
25. '15.10.11 The Society of Rheology 87th Annual Meeting, Diamagnetic-levitation viscometer based on electromagnetically spinning system, Y. Shimokawa, Y. Matsuura, T. Hirano, and K. Sakai
26. '15.10.11 The Society of Rheology 87th Annual Meeting, Development of electro-magnetic rheology spectrometer, K. Sakai, M. Hirano, Y. Matsuura, and T. Hirano
27. '15.09.23 第 63 回レオロジー討論会, ディスク EMS 法による不溶性単分子膜の表面ずり粘性測定, 平野太一, 酒井啓司
28. '15.09.23 第 63 回レオロジー討論会 Disk-EMS 粘度計によるマイクロゲル分散系の流動特性計測, 松浦有祐, 平野太一, 酒井啓司
29. '15.06.19 超音波研究会, Disk EMS 粘度計における粘性緩和スペクトルの測定, 細田真妃子, 松浦有祐, 酒井啓司
30. '15.05.13 日本レオロジー学会第 42 年会, DiskEMS レオメータによる動的粘弾性計測, 松浦有祐, 平野太一, 酒井啓司
31. '15.05.13 日本レオロジー学会第 42 年会, Disk-Type EMS 粘度計の開発, 酒井啓司, 細田真妃子
32. '15.01.28 超音波研究会, EMS 法を用いた極低トルク/ずり流動下での複素弾性率測定, 平野太一, 酒井啓司

33. '14.10.15 第 62 回レオロジー討論会,  
四重極 EMS を用いた粘弾性緩和現象の観察,  
松浦有祐, 平野太一, 酒井啓司

34. '14.10.15 第 62 回レオロジー討論会,  
磁気浮上効果を利用した流体粘性の簡便測  
定, 下河有司, 松浦有祐, 平野太一, 酒井啓  
司

35. '14.10.05 The Society of Rheology  
86th Annual Meeting, Accurate measurement  
of low viscoelasticity near gelation point  
by electromagnetically spinning system, T.  
Hirano and K. Sakai

36. '14.09.17 第 75 回応用物理学会秋季学  
術講演会, ディスク EMS 法の極小トルクモ  
ードを用いた低粘度流動の非線形効果の直接  
観察, 平野太一, 酒井啓司

〔その他〕

ホームページ等

[http://sakailab.iis.u-tokyo.ac.jp/index  
.html](http://sakailab.iis.u-tokyo.ac.jp/index.html)

## 6 . 研究組織

### (1)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

### (3)連携研究者

美谷 周二朗 (MITANI, Syujiro)

東京大学・生産技術研究所・助教

研究者番号：10334369

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