

## 博士論文(要約)

# 電磁回転式レオロジー計測法の開発と 複雑流体計測への応用

松浦 有祐

流体を用いた工業プロセスを設計する際に、サンプルの力学物性をあらかじめ知っておくことは極めて重要である。力により変形を起こす場合は弾性率、流動を起こす場合は粘度により支配されるため、これらの精密測定は工学上重要な役割を担っている。

力学応答の計測に際し、サンプルに変形を加えるには”触る”ことを行うため、計測機の洗浄、汚染という問題を伴う場合が多い。たとえば細管式粘度計ではガラス管の洗浄、回転式粘度計では回転子の洗浄の問題がある。

本研究はサンプルによる汚染領域を使い捨て可能な消耗品のみにとどめる遠隔駆動式のレオロジー計測法を提案し、特殊な試料の計測を可能にするものである。また、プローブとなる回転子の形状を考察することで、より低粘度、高周波の計測のアプローチを行う。

## 1. 四重極型 EMS 法の開発

本手法は遠隔駆動式のトルク制御型回転粘度計である永久磁石型 EMS 粘度計 (Electro-Magnetically Spinning Viscometer) を改良したものである。EMS 法ではサンプルに沈めた直径 2 mm のアルミ球に回転磁場により遠隔でトルクを印加する。印加トルクは  $B$  を磁束密度、 $\Omega_B$ ,  $\Omega_S$  を磁場、球の回転速度として  $B^2(\Omega_B - \Omega_S)$  に比例し、 $\Omega_B$  を変化させてトルク制御を行う。粘性抵抗トルクは  $\eta\Omega_S$  に比例するため、印加トルクと球の回転速度の比によって粘度を決定する。誤差要因となる機械摩擦は試験管底との接触部であり、それを考慮した場合 10 mPa·s 以上では 1%、1 mPa·s でも 10% を達成し、低粘度計測において強力な手法である。また、装置の汚染部は試験管と回転子であり、使い捨て可能であるため洗浄などの必要がないという特長を持っている。

本研究では磁場の発生部を電磁石に置き換えた四重極型 EMS (Quadruple EMS) を開発した。電磁石を用いて装置の可動部を無くすことにより摩擦による故障、装置の振動がなくなる。また、本装置は 1 kHz の高回転数磁場を生成するため、永久磁石を用いた EMS と比べより大きなトルクを加えることが可能であり、装置の性能は従来を上回る。さらに、定常粘度計測に加え、動的粘弾性計測、クリープ計測が可能である。

## 2. 低粘性領域における計測精度低下とその改善方法

最近の産業の傾向であるプロセスの微細化に伴い、低粘性計測の需要が高まっている。マクロな輸送、攪拌では水程度 (1 mPa·s) では乱流領域となり、慣性抵抗が支配的になるのに対し、インクジェットやマイクロ流路などでは粘性抵抗が支配的となるためである。この程度の低粘性計測は機械摩擦と慣性の影響により計測が困難とされており、多くの場合細管式を用いる。EMS 法においても精度 10% であり、本研究ではこれの改善を試みる。

摩擦の低減、制御は機械工学上で最も重要な項目の一つである。接触摩擦は駆動部の摩擦、

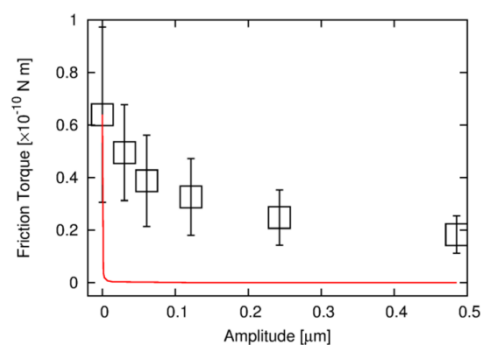


Fig. 1 加振による摩擦トルクの低減(□)と理論から予想される曲線(実線).

Stick-Slip による不規則な振動、ノイズを引き起こし、加工、位置決め精度などに影響を与える。EMS による粘度計測における超音波の加振による摩擦の低減、測定精度向上を目的とし、サンプルと球が入った試験管を水平方向に振動、公転させることによる摩擦トルクの変化を計測した。

Fig. 1 は加振による摩擦トルクの低減の結果を表したものである。実線は接触部の大きさと回転速度から見積もった低減効果の理論線であり、特徴的振幅ではおおよそ 100 倍ほど異なる。これは接触部分のスケール、速度が従来の研究と大きく異なることが原因と考えられるので、接触部の凹凸に着目した議論を行った。本研究の結果により、EMS において摩擦トルクを 1/3 に減少させることに成功した。1 mPa·s の測定を考えると精度 3% に相当し、中、高粘度と同等の精度を有する測定法となった。

本論文では低粘度計測の際に問題となる、抵抗トルクの非線形性について定量的考察を行った。低粘性では乱流に遷移しない場合でも慣性の効果により流れが変化し、レイノルズ数  $Re = \rho R^2 \Omega_s / \eta$  に依存する抵抗トルクの変化として現れる。Fig. 2 は抵抗トルクの変化を実験と流体シミュレーションで比較したものであり、EMS では  $Re \sim 30$  で 10% の抵抗上昇が生じる。無限媒質中と比べこれは 1/10 程度であることから、試験管の底、壁の影響で慣性の非線形性が低減されていること、また系の回転対称性から  $Re \ll 1$  では 2 次関数で表されることを考察した。

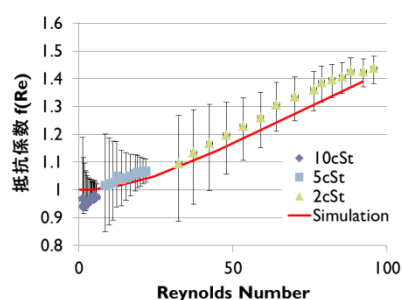


Fig. 2 標準試料を用いて計測した抵抗係数と流体シミュレーションの結果。

### 3. 四重極型 EMS による動的粘弾性計測

四重極型 EMS の任意トルクが印加可能という特長を利用し、本論文では動的粘弾性(複素弾性率)の計測法の開発を行った。動的粘弾性を計測するためには応力に対する歪みの大きさと位相遅れを計測する必要があるため、駆動側ではトルクの実時間モニタリング、観察側では球変位の大きさと位相の検出を行った。振動トルクの印加は差周波利用と直流磁場利用の 2 種類のモードにより可能でありそれぞれ低周波計測、高周波計測に対応するが、本論文は差周波を利用した 100 Hz 以下の計測について述べる。

2 方向の磁場の周波数をわずかにずらすことで差周波の振動トルクをプローブ球に印加することが可能である。トルクの振幅、位相はそれぞれの磁場をピックアップコイルにより検出し信号

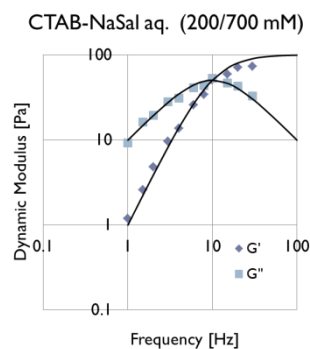


Fig. 3 単一緩和時間を持つ粘弾性流体の動的粘弾性計測の結果。

処理することで得ることができる。また、球の振動はレーザーによる散乱光の動きをライセンサーで検出、またトルクと同期したストロボを発光することにより位相情報を得る。

本手法には回転子の慣性が非常に小さいという特長がある。通常レオメータで動的粘弾性を測定する際、回転子の回転慣性はサンプルの粘性抵抗に比べ 100 倍程度あり、それを補正するために慣性モーメントの計測が不可欠であるが、EMS は回転子の体積とずりを受ける液体の体積が同程度であるため、慣性モーメントの補正なしで弾性率の計測が可能である。これは、個々の回転子のばらつきを無視でき、治具ごとの装置定数が必要ないという EMS 最大の利点に貢献するものである。

#### 4. Disk 型 EMS によるフローカーブ計測

ここでは Disk を使用することによる利点を考慮したレオロジー計測法の研究を行った。Disk を用いる利点は、球を使用した時と比べ粘性抵抗が大きくなりより粘性測定精度の向上が見込まれるほか、平行プレート型によるフローカーブ計測という球では困難なレオロジー計測法を可能であるという点である。トルクレンジは使用する円板によって変えることができ、低粘性から高粘性まで幅広く対応できる。

平行プレート型はフローカーブ計測では見かけの粘度の測定であるといわれている。しかしながら本研究では回転子の回転数を変えて取得した見かけ粘度を用いて真のフローカーブへの補正を行った。これは汚染部を安価で使い捨て可能な消耗品に限定したフローカーブ計測法として特殊な試料計測へ大きなインパクトを与えるものである。

また、マイクロゲル分散系を用いた低粘性液体を測定しシアシニング現象を観察した。剛体粒子が分散している場合、体積分率 70%程度で細密充填となるため 10%を超える領域において急激な粘度上昇と降伏挙動が現れる。しかしながらマイクロゲルの分散系ではそれよりはるかに高い濃度においても粘度上昇が少なく、流動性が高い。これは血液の流動特性と酷似しており、分散体の変形のしやすさが関係すると考えられる。本手法は血液など生体試料の計測にも本手法は用いられつつあり、バイオ、医療方面という新たな分野でのレオロジーの研究に大きな影響を与えるものである。

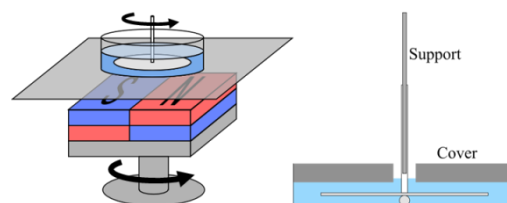


Fig. 4 Disk型EMSによる平行プレート型フローカーブ計測法.

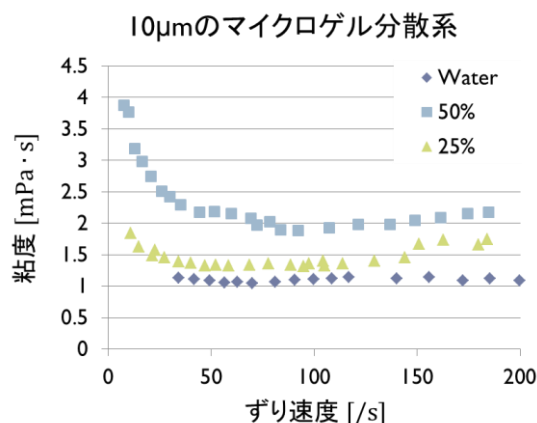


Fig. 5 低粘性流体のシアシニング現象の観察.