

ビスコスフィンガリング実験について

山本 みどり (工学部技術部第1技術系第1班)

はじめに

二枚の平板を微小な隙間を確保し平行に設置したものをヘレーショウセルという。ヘレーショウセルに透明ガラス板2枚と0.5mm厚さのシリコンウェハをスペーサとして用い(今回これを試料ホルダと呼ぶ)、水平に設置し、中に油または高分子溶液のような高粘性流体を注入しておく。そこへ空気または水のような低粘性流体を注入すると指のような形をした模様が出現する。この現象はビスコスフィンガリングと呼ばれ、所属研究室では二つの異なる流体の界面物性研究に用いてきた。今回高粘性流体に水、低粘性流体に空気を使ったビスコスフィンガリング実験装置と実験方法の工夫点について報告する。

目的

ビスコスフィンガリング実験では試料ホルダとなるガラス板の清浄が確実にされている必要がある。それは実験の再現性に影響を及ぼす度合いが大きいからである。そのためにガラス板の洗浄に手間と時間をかけなければならず、その省力化ができないかと思った。

そして高粘性流体に純水、低粘性流体に空気を用いてビスコスフィンガリング実験を行っていたところ、試料ホルダの温度コントロールも再現性に関係していると思われた。そこで目的温度の 25.0°C から $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ の範囲内で実験が行えるように試料ホルダの温度コントロールを可能にすることと、目的温度に達する時間を短縮するために試料ホルダ用空気恒温箱を作ることにした。

実験装置概要

ビスコスフィンガリングを観察するための装置を図1に示す。試料ホルダを水平に設置するためのホルダ台が中央にある。また下方には実験の様子を捕らえるためのCCDカメラと照明用ライト、右側には観察と実験記録のためのモニタとビデオデッキがある。モニタに写っているのは高粘性流体にグリセリン水溶液、低粘性流体に空気を用いたフィンガリング実験の様子である。左側には水圧を利用して空気を定圧で送るためのアクリル製円柱水槽があり、水槽に沈めた空気タンクより送られた空気を放出するコックが試料ホルダ上に見えている。

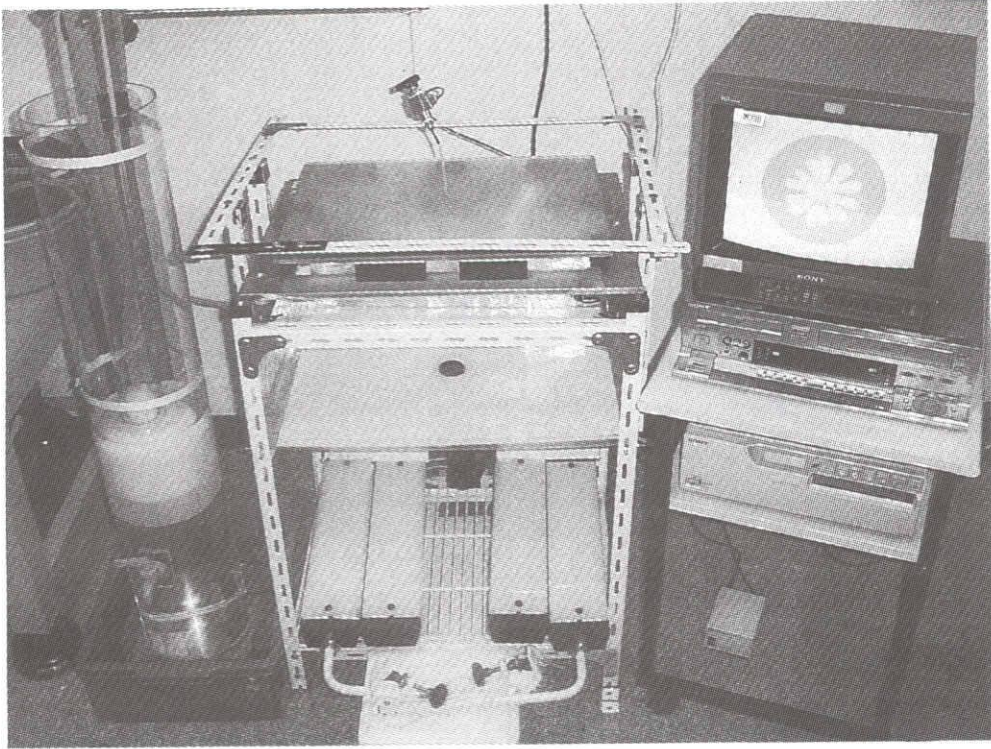


図1 実験装置

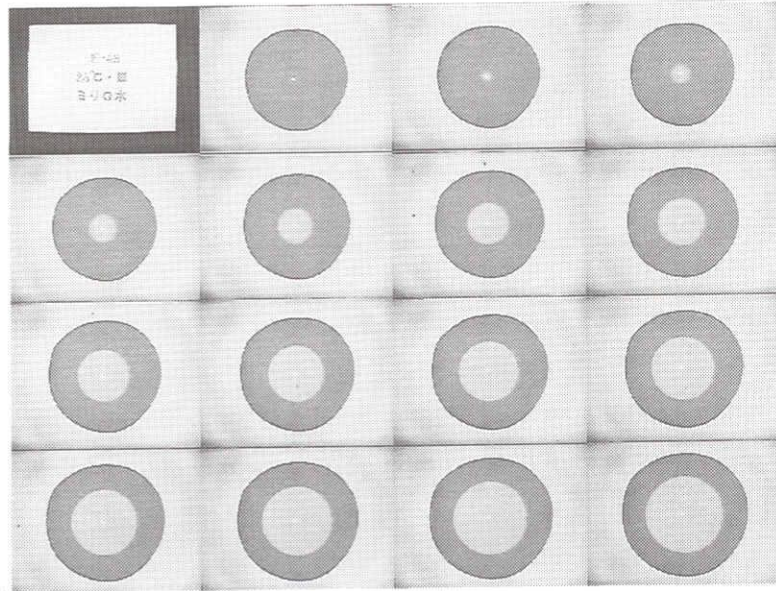


図2 純水-空気のフィンガリング実験

実験手順

高粘性流体注入・・・試料ホルダをホルダ台に設置し、水準器で水平が合うようにホルダ台を調節する。上側のガラス板中央にある注入口からガラス注射器を使って純水を注入する。注入すると液体が円形に広がっていくのが見えるので直径20cmになったところで、注射器を注入口からはずし試料の注入完了となる。このとき試料ホルダが水平に設置されていないと偏心した円形となり実験に使えない。また注入中に小さい空気泡が混入することが多いが、そのままでは実験に使えないので液体を抜きやり直す。しかし純水の場合やり直しときにはきれいな円形に広がらないことが多い。

低粘性流体注入・・・アクリル製円柱水槽を使い圧力計を見ながら空気圧の調整をする。高粘性流体の注入後、空気の放出コック先にあるシリコンチューブとガラス板にある注入口を接続し25.0℃になるのを待つ。このときチューブの注入口近くにピンチコックをはめておく。実験温度範囲になったら放出コックを開き、CCDカメラで撮影とビデオデッキで録画を開始する。録画されているのを確認しピンチコックを解放すると、試料ホルダに空気が注入されフィンガリングパターンが出現する。ピンチコックを開くと豆ランプが消灯するようにしたので、実験の様子と同時に写っている豆ランプの点滅から実験開始時がビデオ画像で特定できる。(図2)

高粘性流体と低粘性流体の組み合わせ例を表1に示す。

高粘性流体	低粘性流体
純水	空気
グリセリン水溶液	空気
エマルジョン	純水
油	純水

高分子水溶液 + 油 → 攪拌 → エマルジョン

改良点

温度管理・・・これまでガラス板上にアルコール棒温度計をのせて温度を読み、エアコンによる空調で試料ホルダの温度調節をしていた。この方法は $25 \pm 0.5^\circ\text{C}$ の範囲内の温度にはできたが、それ以上正確にはコントロールできなかった。実験の再現性向上のため温度を管理するには、まず0.5mmの隙間の温度を知ることが大事と思われたので、0.1度きざみで表示されるデジタル温度計を改良し測ることにした。実験温度になったことが明確に分かるようになったが、エアコンによる空調だけでは試料ホルダを実験温度のまま維持することが難しいということもわかった。

試料ホルダの温度を安定に保つために試料ホルダを囲む箱を作り、循環ポンプで温度コントロールした水を流すためのチューブを箱内に巡らした。実験は開放系で行わなければならないので箱側面の取りはずしができ、さらに実験撮影のため底面も取り除けるようにした。しかしそのため密閉性が悪く冬季では昇温に時間がかかったので、実験温度になるまでガラスを傷めないソフト電気あんかを購入し試料ホルダの上面と下面から接触させて使い、空気恒温箱と併用することにした。使ってみたところ試料注入後の温度調節も簡単にできるようになった。今後高分子溶液を高粘性流体として注入したときは実験開始まで高分子の緩和時間として 30 分待たなければならないが、適温で安定に保つことも可能となった。(図 3)

洗浄の省力化・・・試料ホルダに使ったガラス板は実験終了後、洗剤液に 1 時間浸けてから水道水でゆすぐ。ゆすぎは洗剤成分が残っていると実験に悪影響を及ぼすので、使い捨てのポリエチレン製の手袋をはいて何回もガラス表面をゆるくこすりながら洗う作業で、ガラス板も重く大変であった。また私がフィンガリング実験を始めたころの流しは専用で使える代わりにガラス板 1 枚を洗うスペースしかなく、2 枚同時に洗う方法があれば時間が半減すると思った。しかし 2 枚を重ねて同時にゆすぐと下にあるガラス板がこすれないし、上のガラスを何回も取り除くのはますます大変になってしまうのでどうすればよいか考えてみた。私に実験方法を伝授してくれた学生が「泡の力で洗う」と言って勢いよく水を流して水流に泡が混じってガラス板を伝って上がって行くのを見せてくれたのを思い出した。しかし狭い流しで勢いよく水を流せないで、金魚の水槽などに使うエアープンプで泡をガラス下面に送り出すことにした。1 個購入して試したところうまくいったので、増やして 6 箇所から泡がポコポコ出る 2 段重ね式ガラス板洗浄用水槽を作った。手では最初と中間の 2 回こすることに決め、あとは流水だけで放置して洗うことにして使ってみたところ特に不具合はなかった。今は広い流しに移ったがこの洗浄用水槽をずっと活用しており、流しの半分のスペースしか占領しないので別の実験者と交代で使う必要がなくなり毎日でも実験可能となった。図 4 に示すようなガラス洗浄用水槽を 2 段重ねることにより、水、スペース、洗う労力の 3 つが半減できた。

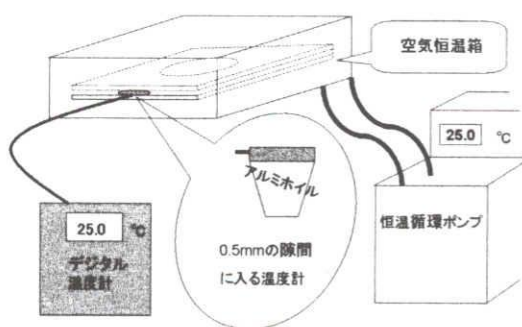


図 3 温度コントロールのための工夫

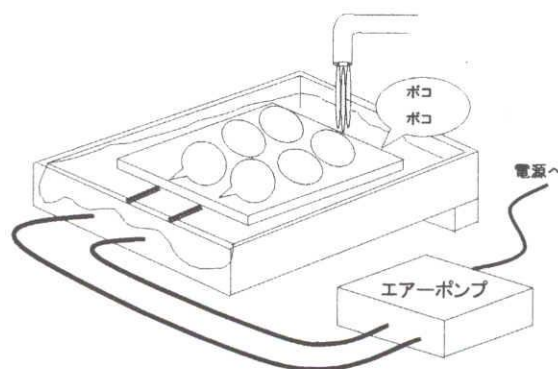


図 4 ガラス板洗浄の省力化

まとめ

空気を一定圧で送る実験においては工夫を重ねて少しずつ改良してきたが、純水—空気実験でデータとして使える実験を積み重ねることが長い間できなかった。それは純水を高粘性流体としたときの注入が難しく、注入がうまくできても温度コントロールがきちんとはできなかったからだ。今回温度コントロールについては克服できたので、「1回失敗したらもうおしまい」を繰り返してきた注入を完全にできるようにしたい。水を抜くときにガラスシリンジでなく、使い捨て用のプラスチックシリンジを使うと簡単にきれいに抜けることが分かり、泡が入っても注入を停止して再度やり直すことも可能となりつつある。失敗の割合も減っていくことと確信しており、再現性よく実験をして画像処理をするまで進めたい。

今後は高粘性流体に低粘性流体を時間当たり一定量で注入したときの圧力変化を測定しながらフィンガリング実験を開始する。現在のシステムでは液体を注入するときの圧力データ数（2.5個/秒）が画像データ数（1秒間に30個）に比べ少ないため、実験システムの改良により圧力データの増強ができないか2人の協力者と共に試みた。その試みの経過を次の発表者が報告します。