

非接触・迅速・超微小量で表面張力や粘性を計測

- 電界ピンセットシステムによるソフト材料の物性計測 -

東京大学生産技術研究所 基礎系 酒井研究室

はじめに

このたび東京大学生産技術研究所・酒井研究室では、液体や高分子材料、ゲルなどのソフトな物質の表面張力・粘性（粘さ）・弾性（硬さ）といった機械的な性質を、材料に触れることなく 極微量（ $\sim \mu$ リットル）で かつきわめて迅速に（ ~ 1 秒）計測するシステムを開発いたしました。

この技術は一昨年の特許申請後、科学技術振興機構（JST）のご支援のもと、製品化に向けて京都電子工業株式会社と共同で試作機の製作が行われ、今回、当初の目標を達成する高性能な機器として実用化に成功いたしました。現在すでに大手塗料メーカーにおいて試験運用が開始され、ご好評をいただいております。

この記者会見では、現在の試作機の原理・性能のご説明に加え、研究室レベルで有用性が確認された次世代モデルのご紹介もさせていただきます。次世代技術では、顕微鏡下における表面張力・粘弾性の分布測定（空間分解能 ~ 10 ミクロン） 表面から深さ方向のプロファイル測定、レーザースペックル画像処理による自動計測、大きなバルク材料の表面計測などが可能です。

ソフトな材料の物性計測

これまでも液体やゲル・高分子をはじめとするソフトな材料は、印刷やコーティング等、さまざまな工業プロセスで利用されてきましたが、近年、インクジェット技術などの新しい要素技術の進展や、有機半導体形成・多層膜コーティングによる立体回路など適用分野の多様化・複雑化に伴い、現場におけるより高精度な物性計測法が要求されています。流体が対象である以上、そこに現れる物性はせいぜい粘性と表面張力だけですが、これまでこれらの物性量を知るためには数ミリリットルほどの量を試験槽に封入した理想的な条件で計測する必要がありました。例えば材料を塗布した後、時々刻々変化する物性を非接触でその場測定する方法があれば、材料作製プロセスの技術展開に大きな武器となることは間違いありません。（ペンキを塗った後、乾いたかどうか指で触って確かめたい誘惑に駆られたことはありませんか？後に残る指紋はその誘惑の強さを物語っています。）今回ご紹介する技術は、まさにこの要求に応えるものです。

電界ピンセット法の原理

力学的な性質とは、加えた力に対して物質がどのように変形するか、を表します。したがって測定のためには材料に力を加える必要があります。通常は探触子を材料に接触させて力を伝えるわけですが、

電界ピンセット法では電場を印加することにより発生するマックスウエル応力を用いて、材料に触れることなく所定の応力を伝えることができます。

この原理は実は高校の教科書にも載っている簡単なものです。電界がかかっている場に誘電体をおくと、誘電体はその内部に電気力線を引き込むことによって全体のエネルギーを下げようとします。この作用によって電界

の強い方向に、試料である誘電体が膨らむことになります。電界ピンセットは、この原理により、さながら材料の表面をつまみ上げるように持ち上げることができるわけです。

酒井研究室では、電界ピンセットに先立って、光により表面形状を制御し、表面エネルギーを計測する手法を開発しました。この手法は、物質表面における光の運動量の不整合を利用して表面を持ち上げるもので、大本の原理は電界ピンセットと同じです。この手法は水の10万分の一という極小界面エネルギーを測定できるなど多くの利点がありますが、光を透過させる材料のみに対象が限定されるという産業応用上の大きな欠点がありました。電界ピンセットはこの問題を克服し、あらゆるソフト材料の計測に使用することができます。

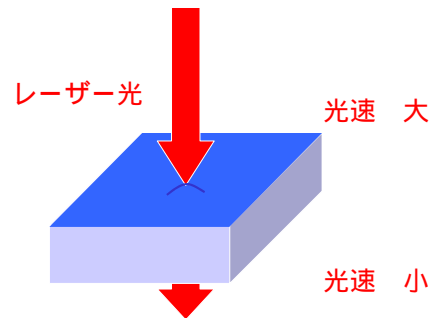
測定装置は、試料の表面近傍に配置されて試料に電界を印加するための金属製の探針と、誘起された表面の変形を検出するレーザーからなります。針に加えられる電圧は10V~200Vの程度で、例えば50Vを針から0.1mm離れたところにある水の表面に印加したとき、誘起される変形の大きさは数nmの程度です。レーザー光は探針と表面の間に集光され、光学てこ(Optical Lever)の原理を用いて表面の傾

非接触物性計測の原理

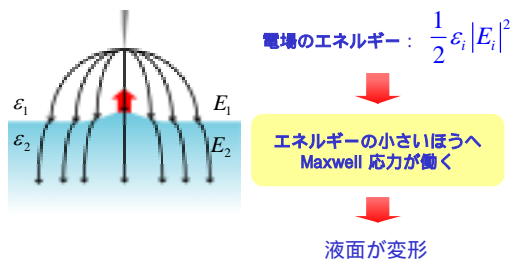


外場によるエネルギーにより応力を印加

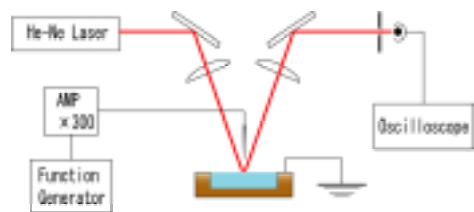
例：光ピックアップ (2001~)



電場ピックアッププローブ



測定装置



きが光軸の傾きとして感度よく検出されます。

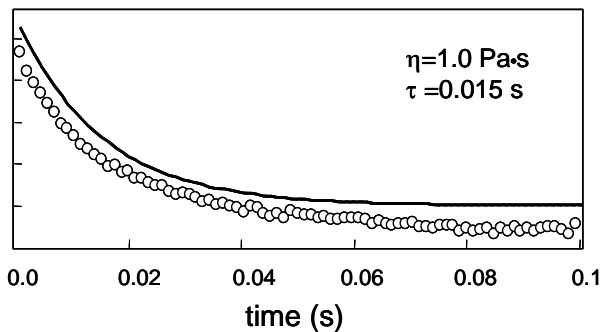
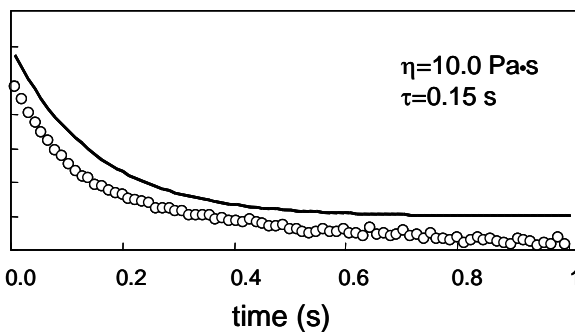
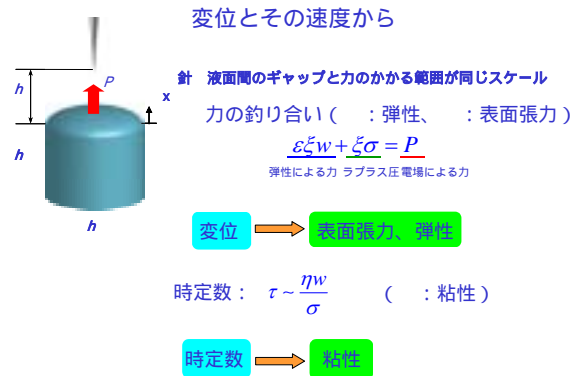
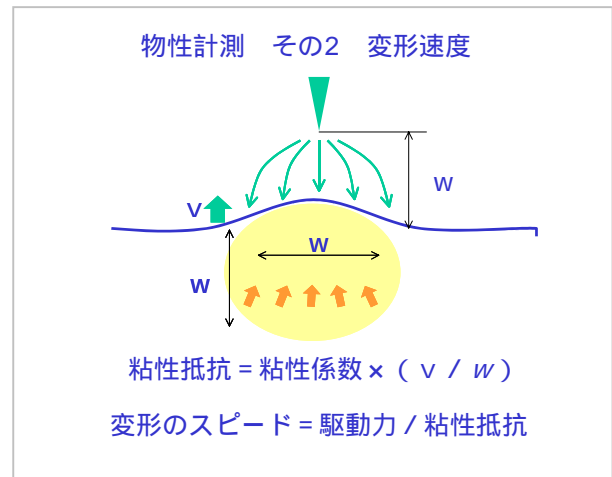
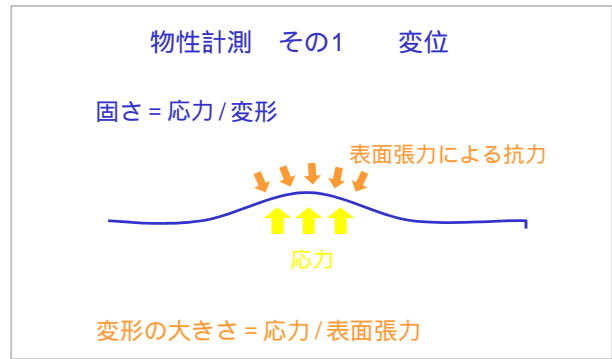
この印加電圧によって表面に生じるマックスウェル応力は、電磁気学の方程式を用いてあらかじめ正確に計算することができます。このとき表面は変形し、表面張力によって生じるラプラス圧とつりあうところで安定します。このため表面変形の大きさを調べることによって、試料の表面張力を知ることができます。

一方、表面の変形にはある程度の時間を要します。この時間は、試料の粘性が大きいほど長くなります。すなわち液体がねばいほどゆっくり動くわけで、これは日常よく目にする現象です。そこでこの変形速度から試料の粘性を調べることができます。

この測定法の大きな特徴のひとつは、応力を印加する領域の大きさや試料の動く領域の深さが、針の先端と表面との間の距離で決まることです。これによって粘弾性の表面からの距離依存性を調べることができるほか、距離を変化させながら応答を測定することによって、面積力である表面張力と、体積力であるずり弾性率を、独立に求めることができます。

測定例

測定は矩形の電圧を繰り返し針に印加して行います。繰り返し現象の平均化によって、安定性がよく精



印加電圧を OFF にした後の表面形状変化。粘性が大きいほど変化に時間がかかる。

度の高い測定を実現します。

測定では電圧 ON、OFF 後の表面形状変化を測定して、粘弾性を求めます。コンピュータを用いた自動測定により、硬化過程など長時間にわたる変化を自動追尾することができます。

応用

本システムは以下のようなさまざまな応用が考えられます。塗料や樹脂材料の乾燥過程・硬化過程の非接触モニタリング。多量の試料を用意することが困難な、生化学系・医療系材料のキャラクタリゼーション。溶融したガラス・高分子材料など物性計測。溶融した金属など導電性材料の計測も可能。非接触の利点を生かした高温・高圧・超低温など特殊環境下の実験。薄くコーティングされたフィルム材料などの粘弾性計測。

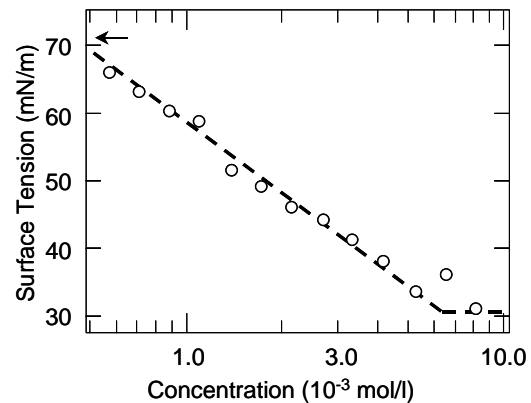
現在、ユーザーとなるメーカーの技術者の方々のご意見をいただきながら、新たな応用分野を開拓中です。

次世代モデルのご紹介

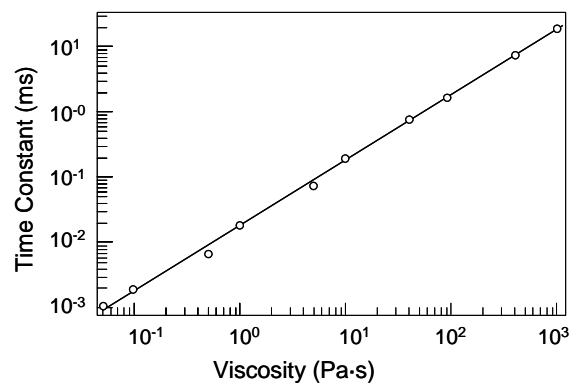
試作モデルの製作と並行して、研究室ではさらに高性能の次世代モデルへとつながる新たな要素技術の開発を行っております。この詳細につきましては、映像などを含めて会見の席上、ご紹介させていただきます。新たなモデルの特徴は以下のとおりで、理学・材料・生物・医療分野など幅広い領域での応用を目指しております。

- ・ 深さ方向プロファイルの計測
- ・ 顕微鏡測定（分解能 10 μm 、粘弾性・表面エネルギーの 2 次元マッピング、レーザースペックル画像処理による自動計測）
- ・ かたまり状の試料の測定も可能

問合せ先等につきましては、続く添付の参考資料をご参照ください。



界面活性剤溶液において測定された表面張力。実線は釣り板法による測定値。



粘度による表面応答時間の変化。水の 100 万倍の粘性が 10 秒のオーダーで計測可能。

電場ピックアップによる 液体物性計測法の特徴

1. 非接触・非破壊の液体表面物性測定法
2. 表面張力・粘性の同時測定
3. 迅速測定（水の百万倍の粘性で 10 秒）
4. 局所・微量測定（ $< 10 \mu\text{l}$ ）

表面レオロジー顕微鏡のご紹介

-Electric Field Tweezers System-

今回、東京大学生産技術研究所・酒井研究室では非接触型の表面物性計測システムの開発いたしました。本システムは、すでに京都電子工業により試作機が作製され、実用化が進んでおります。

特徴

- ・ 非接触、非破壊で表面張力、粘弾性の同時計測
- ・ 極微小量 ($< 1 \mu\text{l}$) で計測可能
- ・ 空間分解能 $10 \mu\text{m}$
- ・ 迅速測定、 10^6cP の粘度で測定時間 10 秒
- ・ 深さ依存性の計測も可能

さらにデータ解析のご相談、特別仕様設計などではシステム開発元の東京大学生産技術研究所・酒井研究室が支援します。

測定原理

局所電場を印加することにより非接触で界面に応力を発生。形状の変化をレーザーで検出。

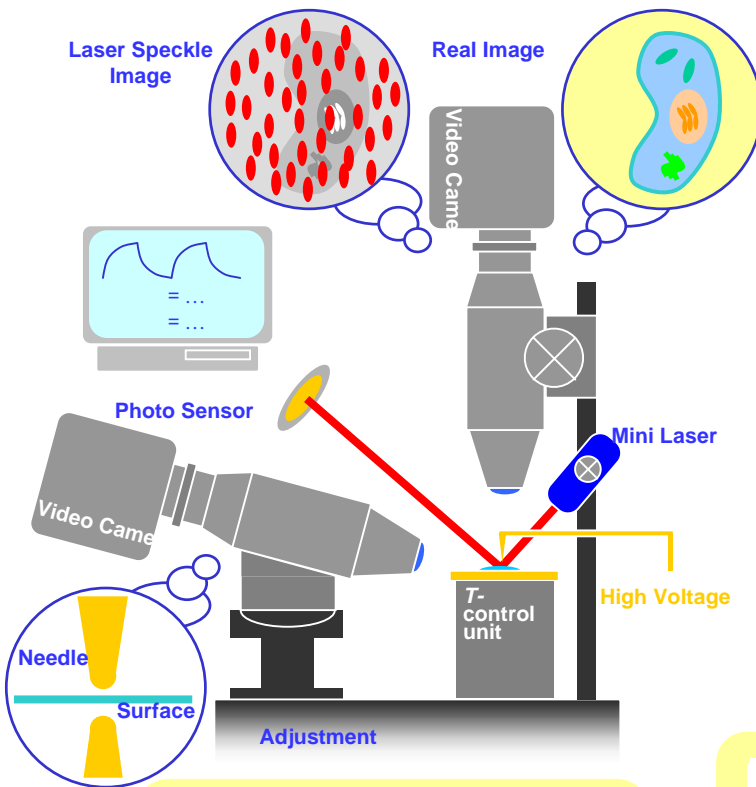
バランスする表面張力を形状変化から、また粘性を変形速度から決定します。



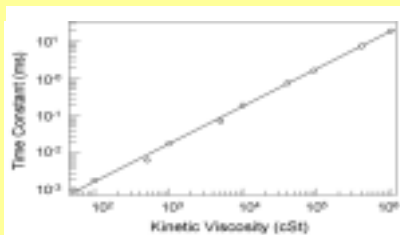
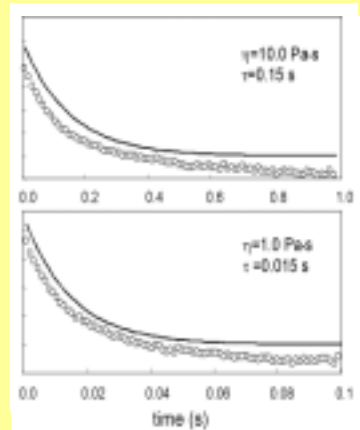
システム概観

お問合せ先
 東京大学生産技術研究所
 酒井研究室
 03-5452-6121/6120
 E-mail: ksakai@iis.u-tokyo.ac.jp
<http://sakailab.iis.u-tokyo.ac.jp/index.html>

表面レオロジー顕微鏡 システム構成



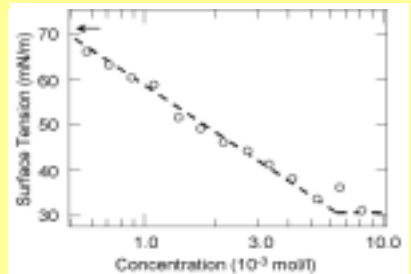
計測データをフィッティングして、粘性と表面張力を決定します。時間応答は電場の分布から解析的に計算され、その振幅から表面張力が、また減衰時間から粘性を求めます。(図中、○は測定値、実線が計算結果から予想される時間応答)



粘度標準液を用いた粘性の計測例です。標準液の粘性を横軸に、減衰時間を縦軸にプロットしています。

誤差 10% 以内での測定が可能です。また非常に高粘度の試料も迅速に測定できます。

顕微鏡システムでは、粘性などの 2次元マッピングが可能になります。



界面活性剤水溶液の表面張力を実際に測定した結果です。○が計測値、破線は釣り板法によって得られた値。測定は直径約 100 μm の微小領域で行っています。同じ顕微鏡システムで、接触型の表面張力測定をオプション装備することも可能です。