

リップロスキャンによる表面張力の2次元動的測定装置の開発

80122150 柴 裕

指導教員 長坂雄次 教授

1. 背景および目的

近年 LCD は性能が飛躍的に向上し、今後さらに普及が予想される。LCD は視野角が狭いために光学補償フィルムを液晶セルの外側に設けて改善を図っている。しかし、製造過程において局所的な温度分布・濃度分布による表面張力勾配が形成されてフィルム上に凹凸ができてしまい、平坦な製品を作成するのは難しい。また、液面の蒸発潜熱により内部との温度差を生じ、溶液内で表面張力対流が発生する。そのため液相内で物質移動が起こることも製造上のトラブルの原因とされている。これらの要因により製品の品質が低下するため、現在そのメカニズムの解明が求められている。そこで本研究ではリップロスキャンによる表面光散乱法を用い、試料表面の表面張力をスキャンすることによって表面張力分布を観測し、コーティングプロセスにおける乾燥過程の基礎現象解明を行うことを目的としている。

2. 測定原理

乾燥過程は液体が常に動いているため、極めて短時間のうちに表面張力が変化するダイナミックな現象である。そのため常に表面張力を動的に捉える必要がある。しかし従来から存在する静滴法、リング法等の測定法では接触測定のため系の汚染、同時に系の表面張力を変化させる恐れがある。また測定速度が大変遅い点から原理的に乾燥過程には適用できない。また表面張力勾配を捉えるには、空間的な1点だけではなく2次元的な広がりでの表面張力測定を行う必要がある。

そこで本研究では、リップンと呼ばれる微細な波の表面波が表面張力の駆動力となっていることに着目し、従来では不可能であった非接触・高速・動的に表面張力測定が可能な表面光散乱法を用いて測定を行っている。表面光散乱法とは、液体表面に存在する波長数百 μm 、振幅数 nm のリップンの周波数から表面張力を測定する手法である。リップンの挙動は分散関係式(1)、(2)により表される。

$$\omega_0^2 = \frac{\sigma}{\rho} k^3 \quad (1)$$

$$\Gamma = 2 \frac{\eta}{\rho} k^2 \quad (2)$$

(ω_0 : 中心角周波数 (rad/s), σ : 表面張力 (N/m), ρ : 密度 (kg/m^3), k : 波数 (1/m), Γ : 減衰率 (rad/s), η : 粘性率 ($\text{Pa}\cdot\text{s}$))

液面に光を照射するとリップンが回折格子の役割をして光を散乱し、さらにリップンが液面を伝播しているために光がリップンの伝播速度に応じてドップラーシフトする。したがって散乱光の周波数シフト量を観測することでリップンの周波数を知ることができ、これを前述の分散関係式に代入することで表面張力が得られる。実際には特定の散乱角の散乱光を選択するために、もう一つの光(参照光)との差を検出する光ヘテロダイン干渉法を用いている。

3. 測定装置

表面張力分布を測定するために、光学系全体を液面と水平

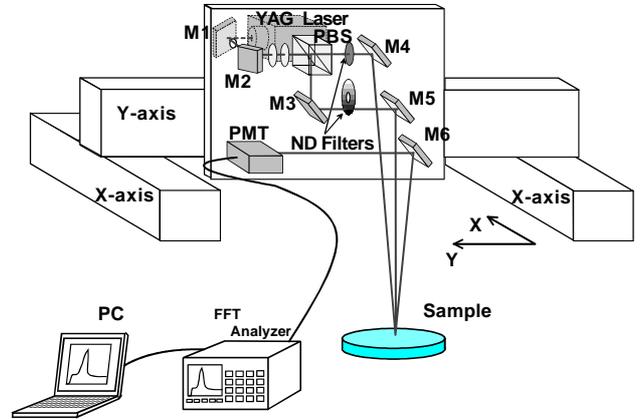


Fig.1 Experimental apparatus

に2次元で動かし、測定を行う領域をスキャンする方法を採用している。装置の概念図を Fig.1 に示す。従来は Y 軸アクチュエータが片持ち梁であったため、光学系が端部に移動すると、光軸が傾き波数選択に系統的誤差を生じるため、測定される表面張力が見掛け上大きく変化してしまっていた。そのため新たに X 軸アクチュエータを付加することで機械的に傾きを抑え、その後位置・高さの微調整を行うことで軸水平度の補正を行い改良した。光学系(寸法 300mm x 184mm、質量 3kg)全体を可動範囲 300mm x 300mm の X-Y アクチュエータに搭載して液面をスキャンできる機構を採った。1点の測定時間は 500 回平均を行っているため約 6 秒間要し、分布測定では測定点の数にもよるが、アクチュエータの移動時間を加味して 1~3 分間程度で可能である。

4. 測定結果

4.1 予備的測定

改良した光学系の健全性を確認するため、室温・常圧下に

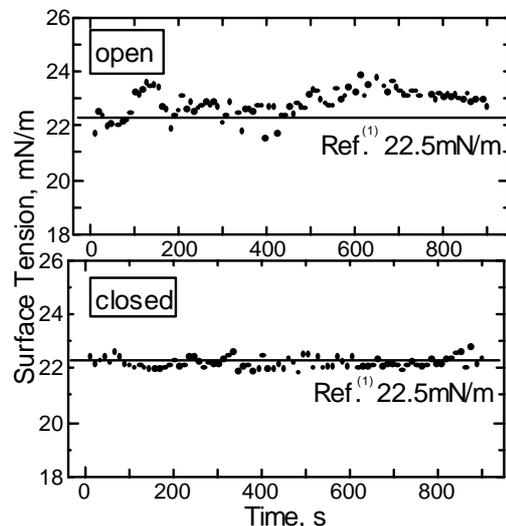


Fig.2 Measurement result at one point (Ethanol, 23.9)

において試料液面の1点での予備的測定を行った。シャール上部開放系の場合と蓋をした上部閉鎖系の場合において、エタノールを用いて測定を行った結果を Fig.2 に示す。

上部閉鎖系ではばらつきが $\pm 0.9\%$ であった。これは試料の蒸発による物質移動を抑えて測定でき、安定した信号波形を得ることができたためと考えられる。上部閉鎖系においては試料の蒸発が抑えられることで、推奨値⁽¹⁾との偏差が -0.5% と非常に小さくなり、本測定装置における表面張力絶対値測定の妥当性を示すことができた。これに対し、上部開放系では表面張力値のばらつきは $\pm 2.1\%$ とやや大きかったが、これは上部を開放することで蒸発により起こるわずかな液面振動の影響を捉えているためと考えられる。

4.2 表面張力が異なる溶媒の混合系

実際のコーティングプロセスでは表面張力の異なる溶液を混合させている場合が多い。そこでこの場合の表面張力測定を行った。試料としてメタノール50wt%を作成し、室温よりも+13 試料温度を上昇させた。すると Fig.3 のように時間の経過と共に表面張力が大きくなり、測定終了間際には水の表面張力に近づいた。この理由として、相対蒸発速度があげられる⁽²⁾。この指標を用いるとメタノールの相対蒸発速度は1.9、水は0.38 となり、溶液中からメタノールが速く蒸発することが説明できる。その結果メタノールの濃度が低下して、相対的に溶液中には水が多く残るようになり、表面張力が徐々に大きくなったと考えられる。

4.3 界面活性剤を溶解した溶液

界面活性剤を用いることで溶剤がもつ表面張力を小さくし、局所的に発生する表面張力勾配も小さくしようと試みた。試料としてMEKに界面活性剤を少量溶解させたものを用い、室温下(19.5)での測定を行った。Fig.4 に示すように、界面活性剤濃度が大きい試料のほうでは平均値からのばらつきは小さくなる傾向が見られた。界面活性剤が試料表面に単分子層を形成し、表面粘性、表面弾性が増加したためと考えられる。また、温度を上昇させた場合は濃度に関係なく表面張力のばらつきは大きくなった。温度を上昇させると対流の影響で内部が攪拌され、界面活性剤が表面に留まらないために局所的な液面振動を抑えられなかったと予想できる。

4.4 表面張力分布測定

光学系を搭載したアクチュエータを動かすことによって30mm×30mm の領域における表面張力分布測定を行った。

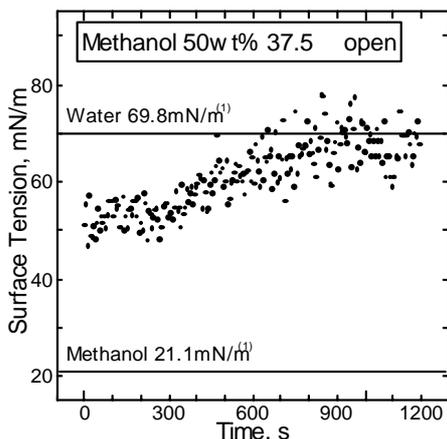


Fig.3 Observation of Methanol 50wt% (37.5)

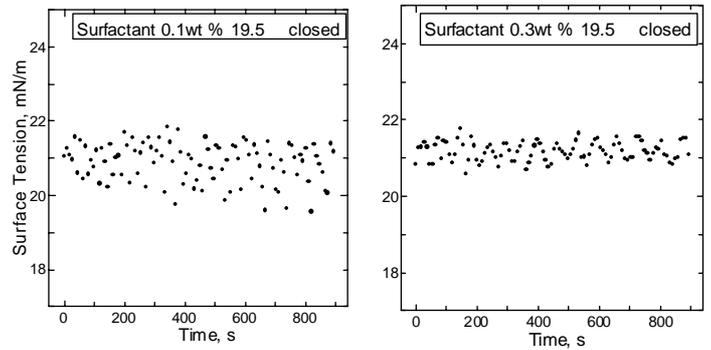


Fig.4 Comparison 0.1wt% with 0.3wt% (closed)

試料に対して人為的な表面張力分布は付加していないため、同一試料内では本来分布は存在しない。アクチュエータ改良前では測定結果に位置における表面張力の見掛けの変化が見られ、アクチュエータの精度により得られる表面張力に位置依存性の影響が現れてしまうことがわかっていった。前述のようにアクチュエータの軸追加、精密な位置補正($\pm 100\mu\text{m}$)による改良を行い、その後エタノールにおいて測定を行った結果を Fig.5 に示す。軸改良前には表面張力値のばらつきは $\pm 19.3\%$ ⁽³⁾と大きかったが、改良後そのばらつきは $\pm 1.3\%$ と小さく抑えることができた。今後もアクチュエータの位置補正の改良を重ねることで精度向上が期待できると思われる。

5. 結論

- ・装置の改良後に表面張力2次元分布測定を行い、表面張力のばらつきを非常に小さく抑えることができた。
- ・空間的1点での表面張力の絶対値測定が可能となった。

6. 今後の課題

- ・新たに設置したX軸の位置補正を繰り返し行い、分布測定時の表面張力のばらつきをさらに小さくする必要がある。
- ・乾燥過程での基礎現象解明のために様々なモデルを構築し、測定を重ねて信頼性を高める必要がある。

参考文献

1. 日本熱物性学会編, 熱物性ハンドブック, (1990), 養賢堂.
2. 原崎勇次, コンバーテック, **29-8**, (2001), p60-64.
3. T. Hayakawa and Y. Nagasaka, Fourteenth Symposium on Thermophysical Properties, (2000), 573, Boulder USA.

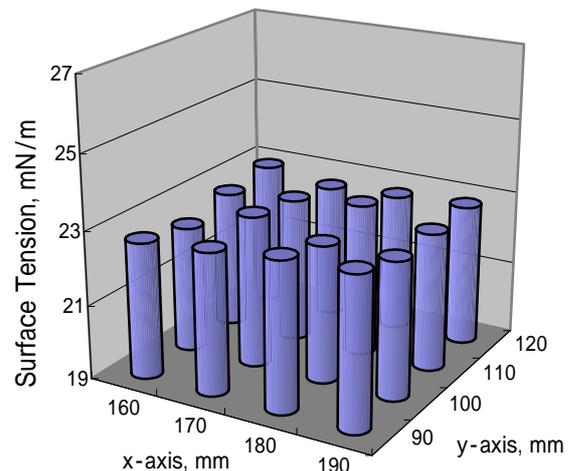


Fig.5 2-dimensional distribution of surface tension (Ethanol, 23.9)