針状ヘマタイト粒子からなる分散系の逆磁気粘性効果

Negative Magneto-Rheological Effect of a Dispersion Composed of Spindle-like Hematite Particles

正 作田 康裕 (秋田県大) 正 青島政之 (秋田県大)
 ○正 佐藤 明 (秋田県大)

Yasuhiro SAKUDA, Akita Prefectural University, 84-4, Ebinokuchi, Tsuchiya-aza, Yuri-honjo, Akita 015-0055
 Masayuki AOSHIMA, Akita Prefectural University, 84-4, Ebinokuchi, Tsuchiya-aza, Yuri-honjo, Akita 015-0055
 Akira SATOH, Akita Prefectural University, 84-4, Ebinokuchi, Tsuchiya-aza, Yuri-honjo, Akita 015-0055

We have investigated the negative magneto-rheological effect of a dispersion composed of spindle-like hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) particles by means of the experimental method. The spindle-like hematite particles were synthesized by aging a solution of FeCl_3 and KH_2PO_4 for 72 hours at 373K. In the present study we have considered a glycerol-water-based dispersion in order to clarify the influences of the shear rate and the magnetic field strength on the negative magneto-rheological effect. The measurement of the viscosity was carried out using the rotational-type rheometer in an external magnetic field generated by the Helmholtz coils.

Key Words: Magnetic Fluid, Functional Fluid, Rheological Properties, Hematite Particle, Spindle-like Particle, Viscosity Measurement, Negative Magneto-rheological Effect

1. 緒言

本研究では、針状ヘマタイト粒子分散系を対象に、せん断流および印加磁場中における粘度測定実験を行うことで、理論予測に基づく逆磁気粘性効果について実験により検証を行う。具体的には、針状ヘマタイト粒子を調製し、さらに、コーンプレート型粘度計およびヘルムホルツコイルを用いて、せん断流および一様印加磁場中における針状ヘマタイト粒子分散系の逆磁気粘性効果について実験的に明らかにする。

2. 針状ヘマタイト粒子および分散液の調製

針状ヘマタイト粒子は次のようにして調製した⁽¹⁾。
 0.02mol/l の塩化鉄(III) (FeCl_3) 水溶液ならびに $4 \times 10^{-4}\text{mol/l}$ のリン酸二水素化カリウム (KH_2PO_4) を含む 250ml の水溶液を耐熱ガラス瓶に入れ 373K に設定した空気恒温槽で 72 時間エージングを行った。エージング終了後、微小粒子を除去するため、遠心分離機で $3,000\text{rpm}$, 1 時間処理を行い、粒子を沈降させ、上澄みを取り除いた後精製水を加え超音波による再分散を行った。遠心分離およびデカンテーションを繰返すことにより微小粒子を除去したあと、 $\text{pH}4$ の塩酸水溶液に分散させた。

本研究では、母液としてニュートン流体であり、かつ、ヘマタイト粒子を分散できる親水性のグリセリンを用い、グリセリン水溶液に分散させた針状ヘマタイト粒子分散系の調製を行うことで母液粘度の増加を試みた。

3. 磁気粘性効果の測定法

本研究で用いた粘度計の分解能は、ずり速度 $\dot{\gamma}=10\text{s}^{-1}$ の場合では $0.23\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 程度であり、本実験装置の測定限界付近での測定となる。従って、誤差を有するデータから有意なデータを確保できるような処理をして結果を提示する。すなわち、定常状態における印加磁場による粘度変化を評価するため、磁場を印加後 1 秒ごとに 120 秒間粘度のデータを測定し、120 秒間の粘度の平均値を求め、さらに、同様の測定を 10 回行い、その平均値を印加磁場による粘度変化として評価した。

4. 結果と考察

4-1 磁場の作用下における測定データの妥当性の検討 グリセリン水溶液は温度変化にともない粘度が大きく変化するため、時間経過にともなう試料の粘度と温度変化について予備的な検討を行う必要がある。そこで、シリコンオイルならびに母液をグリセリン水溶液とする針状ヘマタイト粒子分散系の粘度と温度の時間変化について以下のような検討を行った。なお、測定に際して針状ヘマタイト粒子分散系の重量パーセント濃度を $0.05\text{wt}\%$ 、せん断速度 $\dot{\gamma}$ を 10s^{-1} とした。また、粘度と温度変化について 10 回の測定を行い、その平均値を図 1 に示す。なお、外部磁場は作用していないことに注意されたい。

まず温度変化について考察する。図 1(a)は粘度計の標準液であるシリコンオイルの粘度と温度の時間変化の結果である。この図からわかるように、測定中にわずかな温度変化が確認されるが、粘度の大きな変動は見られない。一方、図 1(b)は針状ヘマタイト粒子分散系の粘度と温度の時間変化を示したものである。針状ヘマタイト粒子分散液の場合も同様にわずかな温度変化が生じているが粘度は大きく変化していない。すなわち、粘度測定中における試料の温度はほぼ一定であると結論づけることができる。

次に粘度変化について考察する。図中の記号に関して、 $\eta_{t=0}$ は測定開始時の粘度で、シリコンオイルの場合 $\eta_{t=0}=99.40\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 、針状ヘマタイト粒子分散液の場合は $\eta_{t=0}=96.87\text{ mPa}\cdot\text{s}$ である。 η_t は測定開始から t 秒後の粘度である。図 1 からわかるように、どちらの場合も時間経過に対して一定であり、粘度の変化は生じない。ただし、ほとんどの測定データが測定開始の粘度 $\eta_{t=0}$ と一致しているが、所々 $0.23\text{ mPa}\cdot\text{s}$ の値を示している。後に示す粘度の結果は、ある程度長い時間にわたりデータを取り、統計的な処理として粘度の平均値を計算することによって、物理的に妥当なデータを取得している。具体的には、120s 間のデータの平均値を取り、次項で示す図 2 の結果を得た。

4-2 ヘマタイト粒子分散系の逆磁気粘性効果 図 2 は一様磁場の強さを変えて測定した粘度の値である。逆磁気粘性効果による粘度の変化をわかりやすく示すため、磁場による粘度変化の差 ($\eta_H - \eta_{H=0}$) を縦軸に取り、測定値の精度としてデータの標準誤差を誤差バーとして付している。ただし、 η_H は

印加磁場中での粘度, $\eta_{H=0}$ は外部磁場が作用していないときの粘度で, 針状ヘマタイト粒子分散液の場合は $\eta_{H=0} = 95.28 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ である. 比較のためグリセリン水溶液の粘度変化も示してある ($\eta_{H=0} = 94.23 \text{ mPa} \cdot \text{s}$). なお, グリセリン水溶液のグリセリンの重量パーセント濃度は $86.3 \text{ wt}\%$, 針状ヘマタイト分散系のヘマタイト粒子の重量パーセント濃度は $0.05 \text{ wt}\%$ である.

図 2(a) はずり速度 $\dot{\gamma}$ が $\dot{\gamma} = 3 \text{ s}^{-1}$ の場合の結果である. グリセリン水溶液の場合, 印加磁場が増加しても粘度はほとんど

Fig. 1 Dependence of the viscosity ($\eta_H - \eta_{H=0}$) and temperature on the measurement time for shear rate 10 s^{-1} : (a) Silicon oil and (b) Glycerol/ $\text{H}_2\text{O}/\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$

Fig. 2 Dependence of the viscosity ($\eta_H - \eta_{H=0}$) on the magnetic field strength for two shear rate cases: (a) $\dot{\gamma} = 3 \text{ s}^{-1}$ and (b) 10 s^{-1}

変化していない. すなわち, 印加磁場による粘度計への影響は $0 \sim 4.0 \text{ mT}$ の磁場では確認されないことがわかる. 本研究で着目している針状ヘマタイト粒子分散系の粘度は, 印加磁場の増加とともに減少していることがはっきりと確認できる. すなわち, 磁場を作用させない状態での粘度が磁場を作用させることにより減少するという逆磁気粘性効果が生じることを示している. ずり速度 $\dot{\gamma} = 10 \text{ s}^{-1}$ と大きくした場合の図 2(b)においても, この逆磁気粘性効果が生じることをはっきりと示している. ただし, 先の $\dot{\gamma} = 3 \text{ s}^{-1}$ の場合と比較して, 減少幅は小さくなっている. 今回の実験で用いた分散系が濃厚ではなく希釈な分散系であるので, 磁気力に基づいた粘度変化の主たる要因は, 粒子間磁気力ではなく, 粒子の磁気モーメントが磁場方向に配向しようとする磁気力に基づくトルクによるものである. 粒子は回転運動をしているので粒子の方向は時間に依存して変化するが, 粒子の配向分布から考えると, 印加磁場やせん断流の強さ, ならびに, ブラウン運動の強さによって, ある方向に粒子が配向する確率が大きくなる⁽²⁾.

5. 結言

得られた結果を要約すると以下のとおりである. 印加磁場中における針状ヘマタイト粒子分散系の粘度は, 磁場を印加する前の粘度よりも減少する. また, 印加磁場の増加にともない, 逆磁気粘性効果は増加する. 一方, せん断流の影響が支配的になると, 逆磁気粘性効果は減少する. このような針状ヘマタイト粒子分散系の逆磁気粘性効果は理論解析に基づく結果と定性的に非常によく一致する.

引用文献

- (1) Ozaki, M., Kratochvil, S., and Matijević, E., Formation of Monodispersed Spindle Type Hematite Particles, *Journal of Colloid and Interface Science*, 102 (1984), 146-151.
- (2) 佐藤 明, 強磁性棒状粒子からなる希釈コロイド分散系の粒子の配向分布とレオロジー特性に関する研究(ガラキン法による近似解法), 日本機械学会論文集 B 編, 67-653 (2001), 112-119.