

宇宙航空研究開発機構研究開発報告

JAXA Research and Development Report

シリコーンオイル物性値の温度履歴依存性

益子岳史・松本 聰

2006年 3月

宇宙航空研究開発機構
Japan Aerospace Exploration Agency

シリコーンオイル物性値の温度履歴依存性

益子岳史^{*}・松本聰^{*}

Dependence of physical properties of a silicone oil on thermal hysteresis

Takashi MASHIKO^{*}, Satoshi MATSUMOTO^{*}

Abstract : For the purpose of preparing basic data for experiments of Marangoni convection in the International Space Station, we carried out measurements of physical properties of a silicone oil. In particular, we determined the temperature dependence of the surface tension, and examined the effects of possible solvent contamination and of thermal hysteresis. Also, the temperature dependence of the kinematic viscosity, together with the effect of thermal hysteresis on it, was investigated. These tests confirmed the stability of the physical properties in question.

Key words : silicone oil, surface tension, kinematic viscosity, thermal hysteresis

概要

国際宇宙ステーションにおけるマランゴニ対流の実験で必要となる基礎データの取得を目的として、シリコーンオイルの物性値の測定を行った。具体的には、表面張力の温度依存性を測定し、実験装置から溶け出す恐れのある溶剤の混入や温度履歴の影響について確認した。さらに、動粘性係数についてもその温度依存性を測定するとともに、温度履歴の影響を調べ、これらの物性が安定であることを確認した。

1. はじめに

表面張力により駆動されるマランゴニ対流は、通常浮力による対流の陰に隠れてしまい詳細な観察が難しい。そこで浮力の抑えられる微小重力下でマランゴニ対流の実験を行い、その詳細なメカニズムを解明することが理学・工学の両面から求められている。そのため、国際宇宙ステーション(ISS)におけるマランゴニ対流実験が計画されているが、実験で観察される現象を正確に把握し系統的な記述を行うためには、あらかじめ作動流体の物性値

^{*}JAXA/ISAS

等の基礎データを取得しておくことが必要となる。本報は、マランゴニ対流の研究において特に重要な物性となる表面張力および動粘性係数について、ISS実験の実施を念頭に置いてそれらの温度履歴依存性等を測定した結果について報告するものである。

2. 表面張力の測定

2.1. 目的

マランゴニ対流は表面張力の空間的な不均一さによって駆動される対流であるが、表面張力は作動流体の温度や溶質濃度によって変化するので、これらが不均一な場合にマランゴニ対流が発生することになる。現在、ISSにおけるマランゴニ対流実験として計画されているテーマ（「きぼう」船内実験室一次選定2テーマおよび第1回微小重力国際公募候補1テーマ）は、シリコーンオイルを作動流体とし温度勾配の印加によって駆動するタイプの対流を対象とするものである。マランゴニ対流を定量的かつ系統的に記述するには対流の駆動力を無次元化したマランゴニ数を用いるが、マランゴニ数の算出のためには、実験系のサイズや作動流体の各種物性値が必要となる。特に、ISS実験では温度勾配を制御パラメーターとするので、表面張力の温度依存性は最も重要なもののといえ、基礎データとして取得しておく必要がある。

さらに、制御パラメーターであるマランゴニ数を変化させながら繰り返し実験を行う際には、作動流体は何度も温度変化を受けるわけであるが、その操作が作動流体の物性値を変化させてしまい、現象の再現性を悪化させる恐れがある。そこで、そのような影響の有無あるいは度合いを確認することが必要となる。

シリコーンオイルは比較的扱いやすい流体であり、その物性値の測定例も少なくないが、製品による差も大きいため、実際に実験で用いる種類についての物性値を測定しておくことが重要となる。また、ISS実験では信越シリコーン社のシリコーンオイル（KF 96-5）を用いる予定であり、同社カタログ[1]には一般特性としてその表面張力の値（25°C）が記載されているが、これはあくまで目安とされており、実験を行うためには正確なデータを取得しておく必要がある。さらに、表面張力の温度依存性や温度履歴の影響についてのデータではなく、やはり実験に先立ってこれらの基礎物性を測定しておくことが求められる。

2.2. 測定

本測定では、ISSにおけるマランゴニ対流実験で作動流体として用いられる上述のシリコーンオイルを試料とし、自動測定装置（協和界面科学社、FACE自動表面張力計CBVP-Z型）を用い、ウィルヘルミー法（プレート法）により表面張力を測定する。

測定対象であるシリコーンオイルは、熱浴に接したシャーレに入れられる。熱浴の温度は循環水によって制御され、シリコーンオイルの温度は挿入された熱電対によって測定される。循環水の温度すなわち熱浴の温度を設定後、シリコーンオイルの温度が一定に落ち着くのを待って表面張力の測定を行う。熱浴の温度は20°Cから80°Cまで10°Cずつ変化させ、各温度について5回の測定を行う。

さらに、温度履歴に対する表面張力の依存性を調べるために、熱浴温度を20°Cから80°Cまで繰り返し変化させることで、シリコーンオイル温度の昇降温を行う。昇降温を5回、10回、15回、20回、40回、60回繰り返した時点で、上述と同様に表面張力の温度依存性を測定する。

2.3. 結果

表面張力の測定結果を図1に示す。縦軸は $n = 0, 20, 40, 60$ 回の昇降温を経た後に測定した表面張力 σ_n [mN/m]、横軸はシリコーンオイルの温度 T [°C]であり、各シンボルは5回の測定値の平均を表している。表面張力はおおむね温度に対して $\sigma_n = \alpha + \beta T$ の形の依存性をもつことがわかる。最小二乗法により得られたフィッティ

ングパラメーター α および $|\beta|$ の n による変化を図 2 に示す (図 1 では見やすくするため省略した $n = 5, 10, 15$ のデータも含めて). 傾向としては、昇降温 $n = 20$ 回前後までは α が増加し $|\beta|$ が減少するが、その後はそれぞれほぼ一定の値に落ちている。しかし、これらのフィッティングパラメーターの推定誤差 (図でエラーバーとして表示) を考慮すると、 $n = 20$ までの変動も誤差の範囲とみなせる可能性がある。これが昇降温によるシリコーンオイル物性の変化であるのか統計誤差であるのかを確認するには、今後測定点の数 (n) および測定回数を増やして詳細に検討する必要がある。

いずれにせよ、現段階で、20 回前後の昇降温を経た試料については、表面張力の温度係数はほぼ一定値 $\beta \sim -0.064$ となると結論できる。なお、図に示した $n = 0, \dots, 60$ 回の全データについては、平均が $\langle \beta \rangle = -0.0649$ 、標準偏差が 0.00351 ($|\langle \beta \rangle|$ の 5.4 %) となっている。

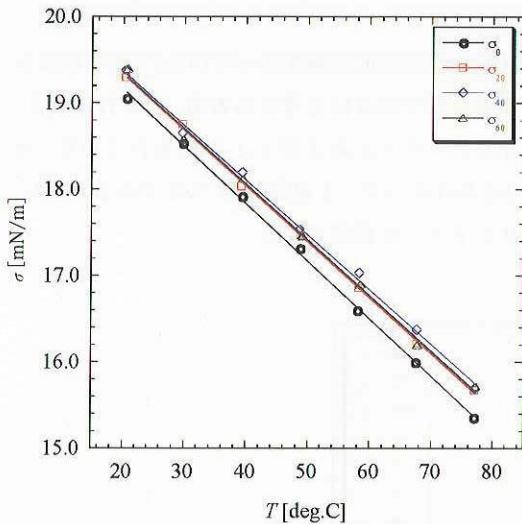


図1 表面張力の温度依存性

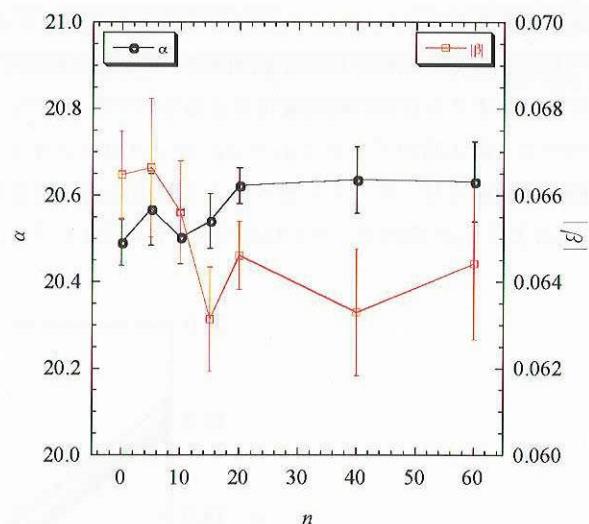


図2 パラメーター α , $|\beta|$ の変化,

2.4. 溶剤混入の影響

本節では、溶剤が混入した場合の表面張力の変化について行った測定試験の結果を述べる。ISS実験においては実験装置部品の固定に銀ペーストを用いるが、作動流体であるシリコーンオイルとの長時間の接触によって銀ペーストの溶剤がシリコーンオイルに溶け出し、その表面張力を変化させてしまうことが懸念される。本測定試験の目的は、そのようなことがないことを確認することである。

測定は、シリコーンオイル 20 g に銀ペースト (テクノアルファ社, DM 6030) 0.33 g を混入させたものを試料とし、2.2 節に述べたのと同様に、循環水温を 20 °C から 80 °C まで 10 °C ずつ変化させて各温度で表面張力 σ を 5 回測定する。測定は、この試料を含め以下の 7 種の試料について行った。

- a) シリコーンオイルの表面張力 (b~eの測定前)
- b) ペーストを混入させたシリコーンオイル (混入直後)
- c) ペーストを混入させたシリコーンオイル (混入後 1 日経過)
- d) ペーストを混入させたシリコーンオイル (混入後 7 日経過)
- e) ペーストを混入させたシリコーンオイル (混入後 28 日経過)
- f) ペーストの溶剤を混入させたシリコーンオイル (混入直後)
- g) シリコーンオイル (b~eの測定後)

シリコーンオイルのみの表面張力測定 (σ_a および σ_g) は、ペーストを混入させた場合との比較のために行うものである。また、ペーストの溶剤自身を混入させたものを試料とした測定も行った (σ_f)。ペースト溶剤はターピネオールC (CAS番号 8000-41-7) および 2, 2, 4-トリメチル-1, 3-ペンタンジオールモノ (CAS番号 2526 5-77-4) であり、DM 6030 ペーストへの混合率はそれぞれ 1 ~ 5 wt% である。ただし、詳細な混合率は公表されていないため、本測定ではシリコーンオイル 25 g にそれぞれの溶剤を 25 mg ずつ溶かしたものについて測定を行った。

測定結果を図 3 に示す。各シンボルの位置は 5 回の測定値の平均を、エラーバーは標準偏差を表す。全体的な傾向として、 $\sigma_a < \sigma_b < \sigma_c < \sigma_d < \sigma_e$ が見られるが、これはペースト混入後日数経過とともに表面張力 σ が増大することを意味する。また、溶剤そのものを混ぜた場合の測定値 (σ_f) がさらに大きいことから、ペースト溶剤の混入によって表面張力が増大するように思われる。しかし、 $\sigma_b \sim \sigma_f$ の測定後に再度シリコーンオイルのみの試料を測定したところ (σ_g)、 $\sigma_b \sim \sigma_f$ よりさらに大きな値となった。

したがって、表面張力の増加傾向は、測定器に起因する系統誤差 (測定器の校正は適宜行っていた)、あるいはシリコーンオイル自身の経時変化によるものであり、ペースト混入による影響ではないと考えられる。いずれにせよ、ペースト混入時のデータ ($\sigma_b \sim \sigma_f$) がシリコーンオイルのみの場合のデータ (σ_a および σ_g) に挟まれており、本測定の範囲では、ペースト混入による表面張力の有意な変化は検出されなかった、と結論するべきである。なお、 σ_a および σ_g の間のデータの広がりは、 $T = 20^\circ\text{C}$ で 1.5 %、 $T = 80^\circ\text{C}$ で 3.5 % 程度である。

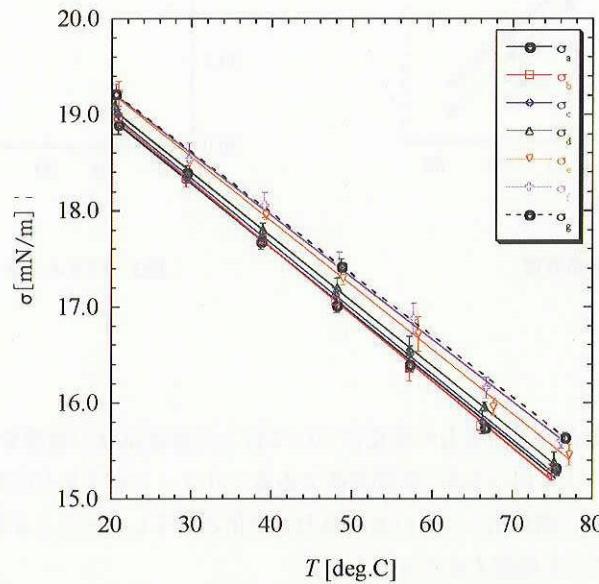


図3 銀ペーストまたはその溶剤が混入した場合の表面張力

3. 動粘性係数の測定

3.1. 目的

マランゴニ対流は表面張力の不均一さによって駆動される対流であるが、流体の粘性や熱拡散はこの対流を阻止する働きをする。また、同じ温度勾配を印加しても流体の物性が異なれば駆動される対流の強さも異なる。マランゴニ対流の実効的な強さを定量的に表現するものがマランゴニ数であるが、これは、温度勾配による表面張力の空間変化 (駆動力) と、動粘性係数および熱拡散定数の積 (阻止力) の比で定義される。そのため、実際にマランゴニ数を評価するためには、後者の物性値を知っておく必要がある。ここでは、シリコーンオイルの動粘性係数を測定し、その温度依存性や温度履歴の影響を調べる。表面張力と同様に信越シリコーン社の資料には目安としての動

粘性係数の記載があり [1]，そのおおまかな温度変化についてもデータはあるが [2]，製品ごとのばらつきも大きく，また温度依存性も詳細なものではないため，やはり実験で用いるシリコーンオイルを試料として動粘性係数の測定を行う必要がある。

3.2. 測定

本測定では，表面張力の測定と同じく，ISS 実験で用いられるシリコーンオイル（信越シリコーン社，KF 96-5）を試料とし，自動測定装置（LAUDA社，自動動粘度測定装置VISCOBOY 2）を用い，毛細管法により動粘性係数の測定を行う。

測定対象であるシリコーンオイルを入れるガラス製毛細管は熱浴である水槽内に設置されている。水温設定後，シリコーンオイルの温度が一定に落ち着いた段階で動粘性係数の測定を 5 回行う。水温を 20 °C から 80 °C まで 20 °C ずつ変化させてこの測定を繰り返し，動粘性係数の温度依存性を調べる。

さらに，温度履歴に対する依存性を調べるために測定を行う。熱浴水温を 20 °C から 80 °C まで繰り返し変化させることでシリコーンオイルの温度を変化させ，このような昇降温を 20 回，40 回，60 回行った後に，上述と同様に動粘性係数の測定を行う。

3.3. 結果

動粘性係数の測定結果を図 4 に示す。縦軸は $n = 0, 20, 40, 60$ 回の昇降温を経た後に測定した動粘性係数 ν_n [mm²/s]，横軸はシリコーンオイルの温度 T [°C]（対数表示）であり，各シンボルは 5 回の測定値の平均を表している。各 ν_n はほぼ完全に重なっており，また，温度とともにおおむね指数関数的に減少していることがわかる（図の点線はベストフィットの指数関数 $\nu_n = 6.30 \exp(-0.0139 T)$ である）。動粘性係数に関しては，温度履歴の影響は無視して良いと結論できる。

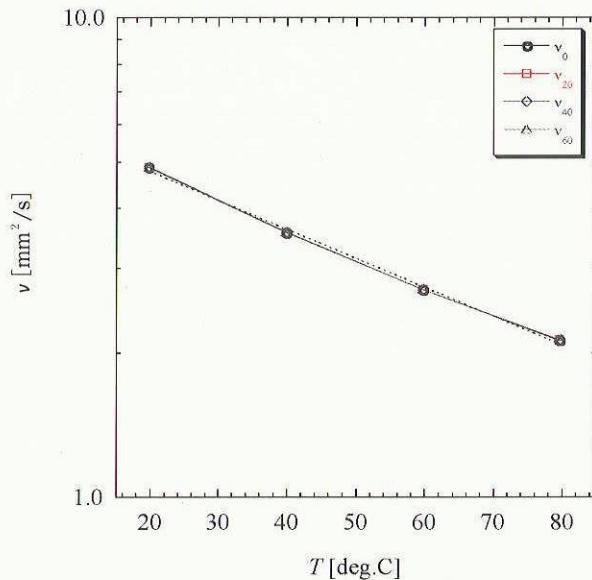


図4 動粘性係数の温度依存性

4. 結論

本測定では、ISSにおけるマランゴニ対流の実験で作動流体として用いられるシリコーンオイルについて、その重要な物性である表面張力および動粘性係数の温度依存性や温度履歴の影響を調べた。表面張力 σ に関しては、20°Cから80°Cまでの範囲で温度 T に対して線型の依存性を持つことが確認された。また昇降温によってこの依存性は変化せず、特に20回以上の昇降温を経た場合については表面張力の変化は無視でき、表面張力の温度係数は-0.064程度となることが確かめられた。さらに、銀ペーストを混入した場合の測定では、何らかの系統的な変化が見られたが、ペーストの混入による有意な変化とは認められなかった。動粘性係数 ν に関しては、温度 T に関して指数関数的な依存性を示し、また昇降温によって影響を受けないことが確認された。本測定で得られたこれらの結果は、ISSにおいてマランゴニ対流の実験を行う際に、マランゴニ数を繰り返し上下させて実験しても差し支えないことを保証し、また実験結果を定量的に解析する上での基礎データを与えるという点で、高い重要性を持つものである。

参 考 文 献

- [1] 信越シリコーン社、カタログ“オイル”，2004年
- [2] 信越シリコーン社、資料“KF-96 性能試験結果”，2003年

宇宙航空研究開発機構研究開発報告 JAXA-RR-05-029

発 行 平成 18 年 3 月 10 日

編集・発行 宇宙航空研究開発機構

〒182-8522 東京都調布市深大寺東町7-44-1

URL:<http://www.jaxa.jp/>

印刷・製本 (株) フジプランズ

本書及び内容についてのお問い合わせは、下記にお願いいたします。

宇宙航空研究開発機構 情報システム部 研究開発情報センター

〒305-8505 茨城県つくば市千現2-1-1

TEL:029-868-2079 FAX:029-868-2956

© 2006 宇宙航空研究開発機構

※本書の一部または全部を無断複写、転載、電子媒体に加工すること禁じます。



宇宙航空研究開発機構
Japan Aerospace Exploration Agency

本書は再生紙を使用しております

This document is provided by JAXA.