

## シアーセルの使い方(暫定版)

SANS-U 用シアーセルを用いた測定法の解説です。2005 年 11 月の時点での状態に基づいています。引き続き改良中です。

質問等は以下へお問い合わせください。

九州大学総合理工学研究院 物質理工学専攻  
助教授 高橋 良彰

Tel/Fax : 092-583-8822

e-mail : [ytak@mm.kyushu-u.ac.jp](mailto:ytak@mm.kyushu-u.ac.jp)

パーツ注文、修理などは

装置製作：株式会社エルクエスト 技術開発部 営業技術 レオロジー機器担当  
大野 宏策 TEL. 0476-93-6018(直通)

E-mail:kousaku\_ohno@elquest.co.jp

## シアーセルの使い方(暫定版)

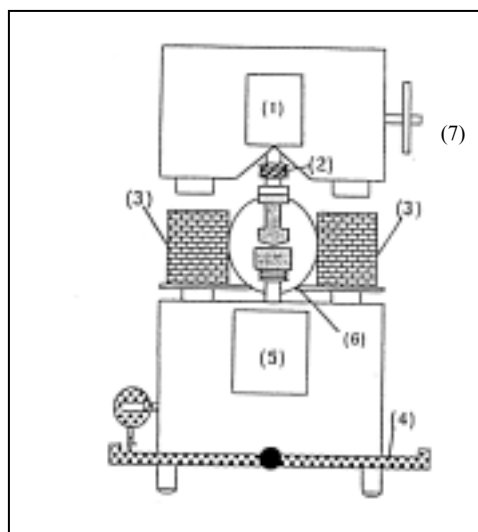
本体と制御系はガイドホールで、制振ゴム付の金属板に載せてありますが、振動で各部のネジが緩んできます。緩みがないかどうか確認の上使用してください。付属品および工具類は準備室と SANS-U 横のロッカーに収納してあります。消耗品は各自ご用意ください。電池などのストックは使われたら補充をお願いします。使用後は元の場所に戻してください。**メンテナンス軽減のためエアベアリングがはずしてあります。レオロジー同時測定は別途ご相談ください。**

### 本体の概要

重量は約80kgです。

主要部は以下のとおりです。

- (1) トランスデューサー (使用休止)
- (2) エアベアリング (使用休止)
- (3) ヒーター (付け替え可)
- (4) 基盤とx-ステージ
- (5) モーター
- (6) ローター・ステーター
- (7) 上下移動ハンドル



### 1. 乗せ換え

**本体**：SANS-U の円形ステージ中央のピンは抜いてください。装置の載っている基盤外側の金具を利用してクレーンで移動します。玉がけのネジは装置側から通してください。装置後部側のケーブル類が垂れ下がらないよう、またディテクターチューブ、上流側出口スリットにぶつけないよう注意してください。

基盤には3本の高さ調製足があります。これらがステージ上に載り、基盤の側面がディテクターチューブの壁面とほぼ並行になるよう静かに下ろします。距離は25 - 30mmです。ステージ外周部上端に目印の白テープが張ってあります。必要に応じて、2-3人で壁面からの距離を確認しながら手で動かします。手をはさまないよう十分に注意してください。また作業中周辺で頭などを打たないよう注意してください。

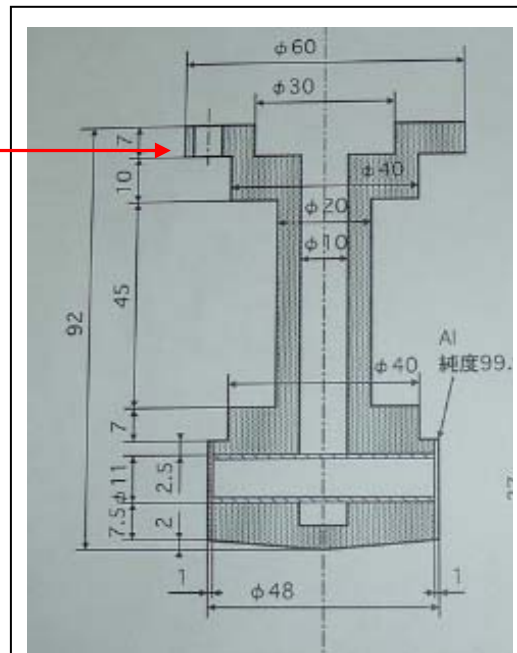


(X - ステージ固定ネジ)

## 2. 調整

ステーターを取り付けた状態で行います。

ステーターは3本のネジで0のマークが正面（あるいは背面\*）になるよう専用の六角ドライバーで取り付けます。図のようにアルミ製ステーター内部にはビームパスの穴があり、厚さ1mm内径10mmのカドミウムパイプが入れてあります。そして最表面に厚さ1mm、純度99.99%のアルミ製のパイプがはめてあります。インスタントカメラで中性子写真を撮り、カドミウムパイプの影を頼りに位置合わせを行います。はじめにスリットなしのビームでパイプがどこにあるか確認し、20mmのビームサイズの中央にリング状の影がくるようにします。注:ステーター作成時期によりマーク位置が異なります。

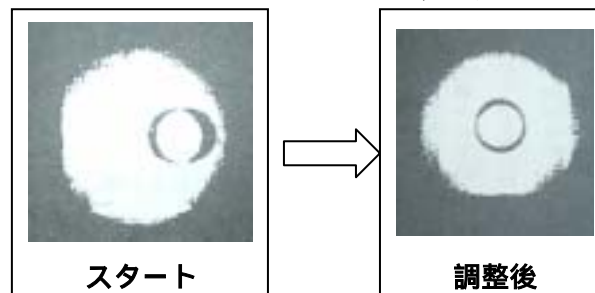


- 前列左から
  - 通常ステーター
  - ヒーター付ステーター
  - ローター
  - ローター取り付け治具
- 奥は収納用木箱



前後の移動は装置が乗っている X ステージで合わせます。基盤前面の固定ネジをゆるめ手前のハンドルを回して移動します（正面下部の写真参照）。移動距離は左手のダイヤルゲージの読みで測ります。読みは1/10になっており、奥に進めると値が減ります。例えばはじめの値が0.10で移動後の値が1.20なら、奥に11mm移動したことになります。

ビームとの並行性は影の厚さむらで判断し、ステージのゴニオで調整します。



高さは出口スリットを若干かさ上げして調整します。プラスチック製のコード類を縛るものが便利です。何本かは小物用ロッカーに入っています。

使用するビーム径のスリットを入れてカドミパイプを引っ掛けていないことを写真で確認します。最後にステーターにシリカゲルを貼り付けて散乱を見てビームストップの位置合わせを行います（サンプルでも可）。

2. **制御系**: キャスター付です。SANS 制御版横の使いやすい位置に移動してください。コード類、コンピュータの落下に注意してください。



モータースイッチ

(トランスデューサースイッチ類) 触るな!



メイン電源

**接続**: 本体、制御系とコンピュータのコード類を接続します。トランスデューサー用のコード、電源は使用しないでください\*。ソケット形状がすべて異なるのでどこにつなぐかはわかるはずです。同種のソケットがあるのは温度プローブ（黄色の2ピン）とヒーター（グレーの2ピン）です。これらは温調を行な

う場合のみ使用します。温調についてはその項を参照してください。メイン電源のコンセントとコンピュータのコンセントを差し込みます。メインスイッチは制御系背面底部の下側のブレーカーです。モーターのスイッチはパネル前面左下のグリーンのランプです。

**\*注:**現在エアーベアリングをはずしてあります。トルク測定は行わないでください。  
**現状でトランスデューサースイッチ(パネル前面右下)をオンにすると装置全体にダメージを与えます。**レオロジー同時測定に関しては別途ご相談ください。

**エアー:** モーター加熱防止用にエアーを供給します。ULS 側にバルブがありますのでエアーチューブを繋ぎ、1mほど上流側のコックを少し開いて手のひらに風を感じるぐらいにエアーを出してください。モーター上部の空気取り入れ口に繋いで準備完了です。



**3. サンプルの挿入と回収:**通常はアルミステーター（あるいはヒーター内臓ステーター）と固定式アルミローターを用います。

**注:**高温から急冷するとビームパス内が減圧になり、サンプルや溶媒を吸い込む恐れがあります。注意して行なってください。



石英セルを使う場合は別項を参照してください。

ローターに必要な量の試料を入れ装置に取り付けます。ステーターを取り付けます。0マークの位置に注意してください。右手上部のハンドルでステーターを静かに下ろします。鏡、懐中電灯でサンプルのはみ出しに注意しながら行ってください。あふれた場合は取り除いてください。足りない場合は追加してください。試料量が足りない場合、ローター内にかさ上げ用のスペーサー（穴あきの金属円板）を入れるか、ローターの取り付け高さで調製してください。



試料充填補助装置につけたセル

その場合、ローターとステーターがぶつからないよう注意してください。

**ワイゼンベルグ効果による試料のはみだし:**ステーター上端の径が小さくしてあり、液だめにしてありますが、外側に出てしまった場合、ふき取りとサンプルの補充を行なってください。手順は試料の挿入に準じます。

試料が足りているかどうか不明な場合、トランスミッションやモニターカウンタで確認してください。

なお、ゲル化する試料では試料全体が飛び出る場合が、また石英ローターでは破損が起きる場合もありますので、ずり速度の設定に注意してください。プラトー領域に相当するずり速度（第一法線応力差がずり応力より大きくなる領域）は要注意です。

**測定終了後**は逆の手順でローターとステーターをはずし、サンプルを取り出します。表面は純アルミで柔らかいので注意して扱ってください。必要に応じて小物入れに入っている**竹のピンセット**や**テフロン**のへらを使用してください。**ローターを溶媒で洗う場合、急激な温度変化は避けてください。**

**石英セルの付け方。**（アルミカップも同様ですが保護ベルトは不要です。）

ローター固定冶具の固定用イモネジをゆるめ、保護用アルミ製ベルトをセル底部にまいてはめ込み、レオメーターに取り付けます。芯出し金具を中にいれ、ステーターを取り付けます。ステーターを静かに下ろします。ステーターは泡抜きのために、向かって左手にずれた位置からセンターへ降りてくるようになっていきますので、ぶつからないよう注意して降ろしてください。芯出し金具内にスムーズに入ったら、3本のイモネジを同じ強さで締めます。ステーターを上げ、イモネジを一箇所だけ緩めてセルを取り出します。このとき六角レンチを何回転させたか記録しておくと後で正確に戻せます。芯出し金具を取り出し、サンプルをいれ、元に戻します。

**4. 測定:** (マウスは使えません。矢印キーでスクロールしてください。)

**レオメータの制御:**

コンピュータのスイッチをオンにし固定ディスク起動メニューで MS-DOS 6.20 へ↓キーで移動し enter を押します。測定選択画面が表示されたら上から5列目の「定常流粘性のひずみ速度依存性」まで↓キーでスクロールし、f10 で



測定選択画面

選択します。測定入力画面の左上 **1 行目** が**動作モード**、**2 行目**が**状態表示**です。

上下の矢印キーで左側の列から順番にスクロールできます。

左の列が上から

0  
0  
70  
0  
0  
0



になっていることを確認しながら**せん断速度の1行目**まで移動します。バックスペースキーで既存の数字を消去して必要なずり速度を入力します。ずり速度設定可能範囲は  $10^{-3}$ - $10^3 \text{ sec}^{-1}$  です。↓キーを押すと隣の待機時間の列に移動します。ここに秒単位で駆動時間を入力します。↓キーを押すとせん断速度の2行目に移動します。以下必要なだけ入力を繰り返してください。最後に f10 で設定終了です。画面で条件を確認し、変更があれば esc キーで測定選択画面に戻り入力しなおしてください。モーターの電源が入っている（パネル左下下部グリーンのランプ）ことを確認し、f10 を押すと状態表示が「静置待機中」に変わり、数秒すると「測定 1 待機中」に変わり流動が開始されます。この時点で SANS 測定を開始してください\*。

（\* 静置待機時間0の設定になっていますが、コンピュータが入力値をシグナルとして本体に送り、実際に作動するまで「静置待機中」となります）

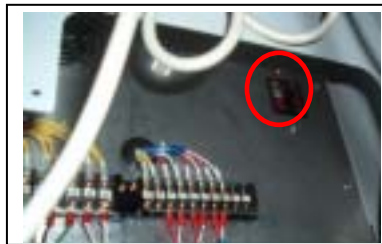
**中止**は esc キーをおします。終了後も画面表示に従い esc キーと f10 キーでデータを保存せずに進み、測定選択画面に戻ります。

### 温度調節

温調はレオメータ仕様の電気炉、循環水ジャケットにビームパスを組み込んだもの、ステーターにパイプヒーターを組み込んだもの、簡易炉(右の写真)が用意してあります。、では精度は出ますがカメラ長、ビーム径に制約があり、さらに実際の試料位置の温度と温調システムの温度差などの調整が大変です。通常は か、高温にする場合は、を併用します。



コントロールパネルにはメインとなるプロコンとスレーブとなるオムロン製の簡易プロコンが設置されています。パネル前面左からメイン、左サブ、右サブの動作状態を示す表示板（槽右、槽左、ガス、と表示）があります。



ヒーター用コンセントを差込み、背面右上のブレーカーを入れると点灯します。**スイッチは配線終了後**に入れてください。

コントローラー背面からヒーターとプローブ用にコネクタが三組出ており、Rのコネクタ（メインプロコンに接続）簡易炉はLのコネクタ、ガスはダミーにつながります。三本ともヒーターとプローブにつながないと断線と判断し、警告ブザーがなってヒーター電圧が0になります。またプローブが繋いでないと暴走の恐れがあります。ブザー停止後スイッチを切ってやり直してください。

スイッチを入れた時の初期設定はマニュアル状態で独立に制御可能です。使用するヒーターの設定温度を上下矢印で設定してください。設定温度まで温度が上がります。必要に応じてガスに繋いだダミーのプローブで試料位置の温度を確認してください。

**注：現在まだダミーヒーターなど整備中です。**うまくいかない場合には従来型のシマデンのプロコンを用いるか、各自使い慣れたものをあらかじめ持ち込んでおいてください。電源は500ワット以下でお願いします。

**回転型サンプルチェンジャー：**レオメータの回転機能を用いて、通常セルの測定が行えるようにしたものです。ただし、旧型の試料セルしか使えません。2mm厚の石英セル用アダプターはパーツ箱の中にあります。現在まだ完全に調製ができていない段階です。使用に際してはあらかじめご相談ください。

**試料充填補助装置：**高粘度試料をあらかじめ充填するための補助装置を整備中です。