

振動法に基づいた粘度測定法および 振動式粘度計を用いた粘度測定について

金山 勝喜*
西塚 昌弘**

粘度とは、流体の流れやすさを表す基本的な物理量である。たとえば、液体の物性を知るうえで粘度は重要なパラメータで、塗料をはじめ化学、医薬品、化粧品、食品などの広い産業分野において、製品の研究開発や品質管理に粘度を最適に設定し管理することが大切である。

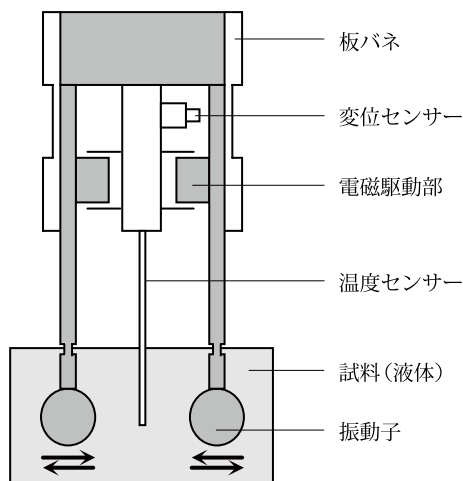
また、私たちの産業を支えるさまざまな機械において、その円滑な運転には潤滑油はなくてはならないアイテムである。潤滑油の主な機能は、摺動(しゅうどう)部の摩擦軽減や金属の防錆、防食であるが、適切な粘度であれば、ほとんどその役割を果たすことができる。

潤滑油には基油に各種の機能を付与する目的でさまざまな添加剤が配合され、その一つに油を乳化し生成されたエマルジョンの安定性を保つ界面活性剤があるが、その機能を左右する要因として曇点の測定が重要となる。

本稿では、粘度を測定する手法として、振動法の原理に基づいた粘度測定法について説明し、その原理を用いた「振動式粘度計 SV-A」シリーズと、それを使用した粘度の測定例や界面活性剤の曇点の測定例について紹介する。

1. 振動法に基づいた粘度測定原理

液体中におけるバネ系の減衰振動は、バネの復元力と液体の粘性抵抗の影響を受けることか



第1図 粘度検出部の機構

ら、減衰振動の微分方程式を積分して解くことで粘性抵抗を求め、その粘性抵抗から粘度を求めることができる。その原理となる基本方程式は、振動部の質量による慣性力、バネ成分による復元力、粘性抵抗による減衰力を含む一次運動方程式となり、その解から、振動系の減衰は粘度 η と密度 ρ の積に依存することが示される。

第1図に、振動法による粘度検出部を模式で示す。液体の試料中に置かれた振動子を振動数 f で強制振動させると、液体から振動子が受ける機械的インピーダンス R_z は(1)式で表される。

$$R_z = \sqrt{\pi f \eta \rho} \quad (1)$$

* かなやま かつよし (株)エー・アンド・デイ販売促進部 課長

** にしづか まさひろ 同 上 計量器コンサルタント

ここで A は振動子の両面の面積を表す。そして電磁駆動部が振動子に一定の振動速度 V_e^{rot} を与えている力を F とすると、以下の(2)式が成り立つ。

$$R_z = \frac{F}{V_e^{rot}} = A\sqrt{\pi f \eta \rho} \quad (2)$$

このことから、粘性抵抗に拮抗(きっこう)して振動子に一定振幅を維持するために必要となる力を、電磁駆動部で発生させると、その力は粘度 η と密度 ρ の積に正比例することが理解される。

第2図に示す振動式粘度計 SV-A シリーズでは、振動子を定常的に一定の振動振幅で維持するように、電磁駆動部に生じるトルクを制御し、その制御に必要な電流が、粘度 η と密度 ρ の積に正比例することを利用して測定している。



第2図 振動式粘度計 SV-A シリーズ

2. 振動式粘度計 SV-A シリーズの特徴と仕様

振動式粘度計 SV-A シリーズは JIS Z 8803 に規定される粘度計で、さらに JCSS の校正対象機器として認められ登録された、粘度測定における標準機器である。

本機は、ほかの粘度計にない次のような特徴がある。

- ① 試料の粘度や温度の変化にリアルタイムに応答し、粘度と温度を同時に測定することができる。試料の温度を連続的に変化させた過程において、粘度の変化を測定することができ、両者の相関関係を測定することができる。
- ② 粘度の測定範囲は、沸騰水の粘度である $0.3\text{mPa}\cdot\text{s}$ の低粘度領域から $100\text{Pa}\cdot\text{s}$ ($100000\text{mPa}\cdot\text{s}$) の高粘度領域まで広く、測定範囲において粘度センサーである振動子を交換することなく、連続的に測定することができる。
- ③ 測定値の繰り返し性は 1% (標準偏差) で、非常に安定した粘度測定と高い繰り返し性を有する。
- ④ 付属のソフトウェアを用いることによって、測定中の粘度と温度との変化過程をリアルタイムに確認することができる。さらに測定データをファイルに記録することができるので、長時間にわたる測定においても、測定データをパソコンに収録して残し、後になっても測定中における経過時間や温度に対する粘度の変化過程の解析が容易に行える。
- ⑤ 振動子の振動振幅は 0.4mm 以下と微小

第1表 振動式粘度計 SV-A シリーズの概略仕様

SV-Aシリーズ	SV-1A	SV-10A	SV-100A
測定方式	SV方式(音叉(おんさ)振動方式), 固有振動数30Hz		
粘度測定範囲	$0.3\sim 1000\text{mPa}\cdot\text{s}$	$0.3\sim 10000\text{mPa}\cdot\text{s}$	$1\sim 100\text{Pa}\cdot\text{s}$
再現性(繰り返し性)	1% (標準偏差)		
試料量	2ml 以上	10ml 以上	
温度測定範囲	$0\sim 160^\circ\text{C}$, 分解能 0.1°C		
通信機能	RS232C, USB		

で、振動数も 30Hz と低い振動数であることから、試料の構造を変形または破壊することなく測定でき、試料を緩やかに攪拌（かくはん）したり流動する状態でも粘度測定ができる。

- ⑥ 粘度測定は非常に簡便で、測定者に特別な熟練を必要とせず、精度良く短時間に測定することができる。また、測定部がシンプルな構造で設計されていることから、測定後の洗浄などのメンテナンスや日常管理が容易にできる。

ここまで述べたように、このシリーズには多くの有用な特徴があり、第 1 表にその概略的な仕様を示す。

3. 潤滑油の粘度測定と界面活性剤の曇点測定への応用

振動式粘度計 SV-A シリーズを用いて、潤滑油の粘度測定と界面活性剤の曇点の測定へ応用を試みた。

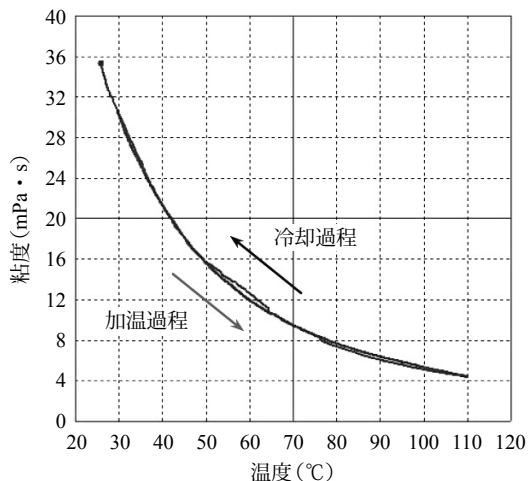
4 種類の潤滑油を室温から 110℃まで加温し、その後室温まで冷却した過程の粘度を測定した。その中から、トルクコンバーター油の温度変化に対する粘度の変化過程を第 3 図に示す。加温過程の測定結果と冷却過程での結果がほぼ同一の挙動を示すことがわかり、このことからどのような温度負荷条件であっても、同じ温度に対する粘度が同値を示すことが明らかになった。

また、4 種類の潤滑油において、40℃と 100℃の粘度測定結果を動粘度に計算した数値と、JIS K 2283 で規定される細管式粘度計で測定された動粘度の測定結果とを比較検討し、その相関関係を第 4 図に示す。両測定法間で得られた動粘度の相関関係は、相関係数で $r = 0.9995$ と非常に良好であるが、両者の測定値は完全には等しくない。

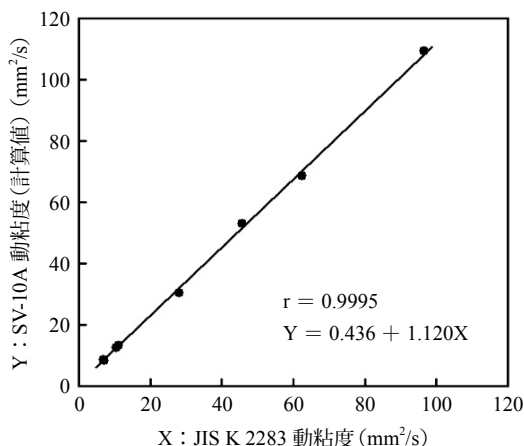
これは粘度測定時に潤滑油に与えるせん断速度が、振動式粘度計 SV-A シリーズと細管式粘度計とでは、差異があるからであると考えられる。

次に界面活性剤の曇点の測定結果を示す。

潤滑油には、その性能を維持したり高めたりするために数種類の添加剤が加わっているが、その一つに界面活性剤がある。界面活性剤は一



第 3 図 潤滑油の粘度と温度との相関関係

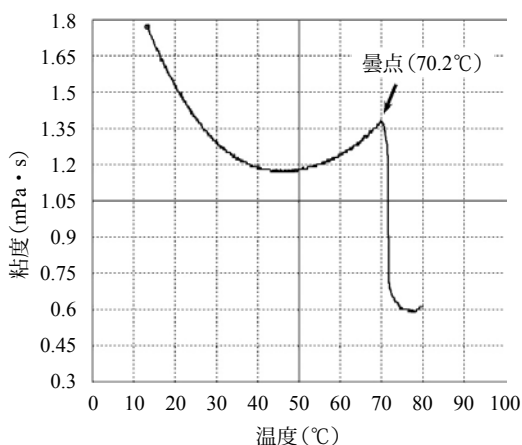


第 4 図 JIS 法と振動式粘度計 SV-A シリーズで得られた動粘度との相関関係

分子中に水との親和性がある親水性と、それに相反する疎水基の双方の官能基を持っているが、非イオン系界面活性剤の水との溶解は、エチレンオキサイド鎖のエーテル酸素への水分子の水和により起こる。

この結合による水和力は温度の上昇と共に弱くなり、ある固有の温度以上になると溶解性が急激に低下して析出を始め、その結果、白濁してくる。この白濁する温度を曇点という。

界面活性剤は曇点以上の温度では不活性化するため、活性を評価、管理するうえで重要な測定項目となるが、従来の測定方法には JIS など定める目視による方法や、光学的に自動測定する計測器を用いた方法がある。この方法は、



第5図 非イオン系界面活性剤 5vol%水溶液の温度と粘度との相関関係(曇点の測定)

目視という測定者の官能的な誤差や再現性などに問題を残す。

曇点の発生機序から考えると、曇点より高い温度において水溶液から界面活性剤が析出し沈降して、その結果、粘度が急激に低下することが推測される。

そこで、振動式粘度計 SV-10A を用いて、代表的な非イオン系界面活性剤の 5vol% 水溶液を加温しながら粘度測定をした。

その結果、第5図に示すように約70°Cにおいて粘度が急激に低下し、目視においても白濁の開始が確認された。このように振動式粘度計 SV-A シリーズは粘度測定のみならず、その変化過程より界面活性剤の曇点を、精度良く簡便に測定することが可能であり、また従来法とほ

ぼ一致した結果が得られ、非常に有用な測定方法であることが示された。

振動式粘度計は、比較的最近になって製品化された粘度計であるが、その測定原理は古くから確立された理論に基づいている。近年になって相次いで JCSS の校正対象機器として認められ、また JIS によって規格化された粘度測定の標準機器となった。

それに加えて、従来の粘度計では測定することが難しかった低粘度領域や、温度と粘度の相関関係、そして低粘度から高粘度まで広い領域を連続的に、かつ精度良く測定することを可能にした。

また弊社では、振動式粘度計を発展させ応用した製品として、試料に与えるせん断速度を変化させながら粘度測定ができる「振動式レオメータ RV-10000A」を製品化し、試料の非ニュートン性を測定、評価することができるようになった。

《参考文献》

- 1) 川田裕郎：改訂粘度，コロナ社，pp.134～145(1958)
- 2) 岡 小天：レオロジー，裳華房，(1982)
- 3) 金山勝喜：潤滑油の粘度測定における新しい振動式粘度計の適用，防錆管理，48(11)，pp.12～18(2004)
- 4) 出雲直人，小岩井淳志：静粘度[sv]と振動式粘度計について，第24回センシングフォーラム，計測自動制御学会，(2007)