

第29回センシングフォーラム 投稿原稿

テーマ：音叉振動式レオメータ：レオビスコ RV-10000 の特長

(英題：The features of the tuning-fork vibration rheometer;
RHEO-VISCO RV-10000)

発表者：(株) エー・アンド・デイ 第1設計開発本部
出雲直人、深見雄二、菅野将弘

主催：SICE (社) 計測自動制御学会計測部門

協賛：応用物理学会、次世代センサ協議会、
センシング技術応用研究会、電子情報通信学会、
電気学会、日本機械学会、精密工学会、他

期日：2012年9月27日(木)、28日(金)

会場：茨城大学工学部 日立キャンパス
(茨城県日立市)

音叉振動式レオメータ：レオビスコ RV-10000 の特長

株式会社エー・アンド・デイ 第1設計開発本部 出雲直人 深見雄二 ○菅野将弘

The features of the tuning-fork vibration rheometer; RHEO-VISCO RV-10000
Naoto Izumo, Yuji Fukami, ○Masahiro Kanno A&D Company Limited

Abstract

We developed a new rheometer which shear rate can be changed by the sensor plate amplitude in stages, based on the tuning-fork vibration viscometer SV series. Also we report the physical properties for non-newtonian fluid with using the newly developed rheometer RHEO-VISCO RV10000, which works with tuning-fork vibration method.

Keywords

Newtonian fluid, Bingham fluid, dilatant fluid, thixotropy fluid

1) はじめに

粘度の測定方法として、振動粘度計が2011年5月にJIS規格化されました。また粘度の校正対象機器として振動粘度計がJCSS規格に含まれています。これらの規格に合致した粘度計として、A&Dでは、20年前から世界で唯一となる音叉振動式粘度計を製品化し、現在ではSVシリーズとして販売しています。

音叉振動式粘度計では、共振周波数が30Hzと低く、また微振動となり試料に与えるエネルギーレベルが低いので、最小桁が0.01mPa・sとなる高感度と安定性を実現しており、アセトン相当となる0.3mPa・sの低粘度から、10,000mPa・sまでの高粘度を連続測定できる性能を持っています。この特長から、粘度計としては初めて、粘度変化を検出することで非イオン系界面活性剤の曇点の測定※1、アルコールの濃度測定、蛋白質や接着剤の硬化過程などを測定することが可能となっています。このように特長ある振動式ですが、非ニュートン流体の測定がほとんどとなる研究者からは、『固定されているずり速度を変更できないか』との話しが多くありました。

そこで、音叉振動式粘度計SVをベースとして、ずり速度（振動子の振幅）を段階的に変更可能としたレオメータを開発しました。新しく製作した音叉振動式レオメータ：レオビスコRV-10000で測定された非ニュートン液体の物性について報告します。

2) 音叉振動式レオメータの原理 ※2、3

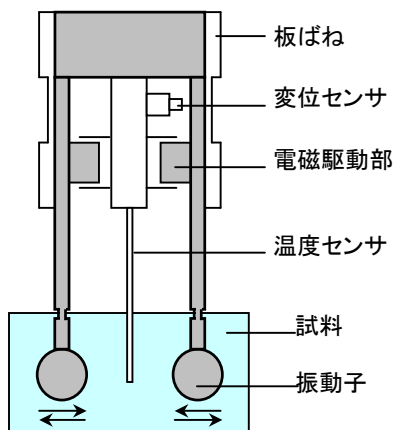


Fig 1. 粘度検出部の機構

音叉振動式粘度計では、2つの振動子を音叉同様に水平方向に共振させ、振動子の振幅を一定に保つのに必要となる振動エネルギーを電磁力により補償しています。つまり、液体の粘性抵抗に相当する駆動力を与え、その駆動力が粘性抵抗に比例することから、粘度を求めています。また、振動粘度計では原理的に粘性抵抗として粘度×密度が求められます。この粘度×密度を『静粘度』※4と呼んで、動粘度、粘度と区別しています。

音叉振動式では、振動子を共振させるのに必要となる駆動力と慣性項、粘性項、弾性項に関する運動方程式を計算することで、振動子を駆動する力が粘度×密度に比例することが理解されます。

振動式粘度計の理論モデルについて途中を省略して説明します。Fig.1で図示する機構において、振動子が周波数 f で振動する場合、液体から振動子が受ける機械的インピーダンス R_z は

$$R_z = A\sqrt{\pi f \eta \rho}$$

となり、右式を構成する各内容は、 f ：振動周波数 (Hz)、 A ：振動片の両面の面積、 η ：液体の

粘度、 ρ : 液体の密度となります。ここで、電磁駆動部が振動片に一定の振動速度 $Ve^{i\omega t}$ を与えている力を F とすると

$$R_z = \frac{F}{Ve^{i\omega t}} = A\sqrt{\pi f \eta \rho}$$

と表すことができます。上式から電磁駆動部が与える力は静粘度（粘度 η と密度 ρ の積）※4 に比例していることがわかります。実際の測定では、試料となる液体に対して振動子が常に一定の振幅を維持するよう電磁駆動部に発生するトルクを制御し、その制御に必要な電流が『粘度×密度』すなわち静粘度に比例することを利用して、音叉振動式粘度計を応用したレオメータ（レオビスコ）では、高感度の維持を最重要課題としたため、構造上の共振点となる固有振動数を変化させることが難しく、振動子の振幅を段階的に変えて、ずり速度を変更し、その各ずり速度で振動子を

駆動する時のトルクと振動子の表面積からシアストレスを計算して静粘度を求めています。また、本報告では、便箋上、試料の密度を水相当となる 1.00g/cm^3 と仮定して無次元化して粘度表示： $\text{mPa}\cdot\text{s}$ と表記しています。Fig. 2 に製品の外観図を載せました。製品の構成は粘度計と同じです。また現在、レオビスコで測定可能なずり速度の範囲は水と JS2000 を基本とすると、振動子の振幅で $0.2\sim 1.2\text{mm}$ 、ずり速度換算で $10\sim 2000\text{ s}^{-1}$ となります。RV-10000 では、一般的な振動式と同様に振動子にサイン波での繰返し振動が与えられる為、回転粘度計とは異なり一定値のずり速度は決まりません。そこで、刻々と変化するずり速度を実効値に換算して表記しています。つまり、ずり速度は時間と共に変化するとの認識が必要になります。RV-10000 の測定可能粘度範囲とずり速度については、Fig.3 を参照してください。



Fig.2 製品の外観

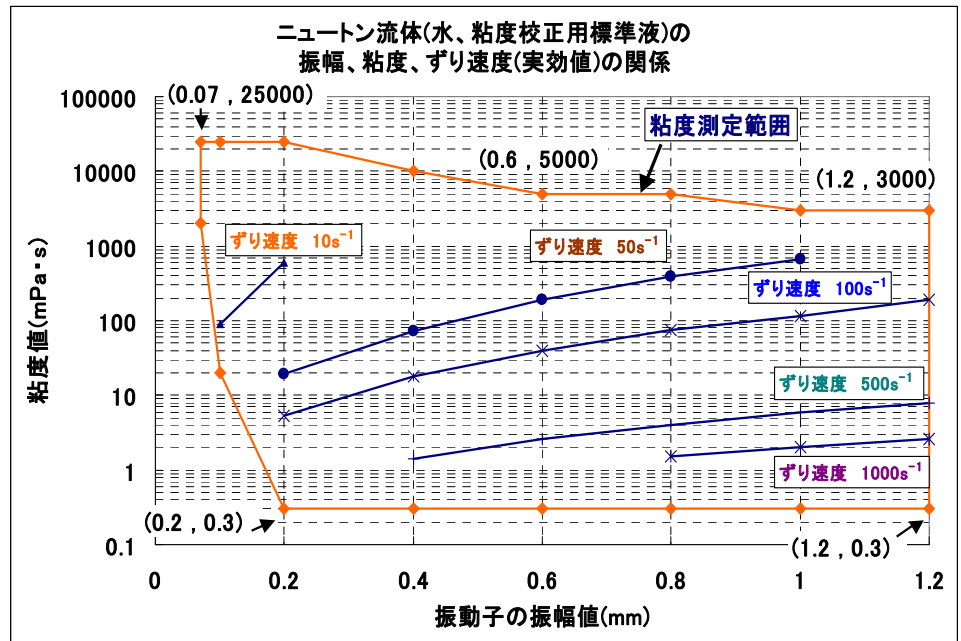


Fig. 3 ニュートン流体の振幅、粘度、ずり速度の関係

3) レオビスコ : RV-10000 による測定例

①ニュートン流体について

水と JS2000 の測定結果について説明します。水は化学的に安定な物質で粘度の標準物質となり、20℃で1.00 mPa・s の粘度値と規定されています。比較的溫度変化は小さいのですが、室温付近で1℃当たり約-2%の粘度変化があり、粘度測定時には溫度管理に注意が必要です。Fig. 4、5に水と JS2000 について、溫度 25℃一定の条件下で振動子の振幅を山から谷までとなるピーク/ピークで0.2(0.07)~1.2mmまで変更した時の粘度値をプロットしました。

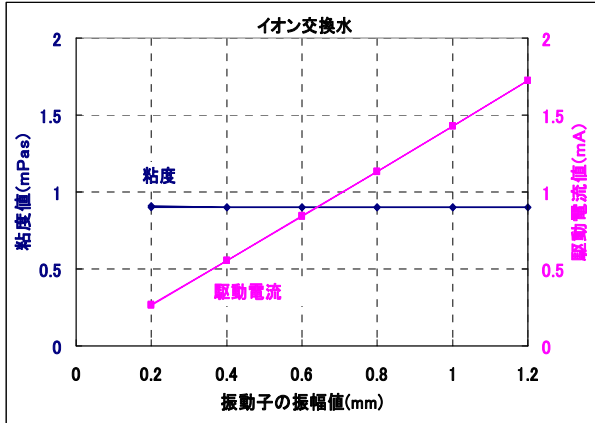


Fig. 4 イオン交換水 : 振幅値・粘度、駆動電流

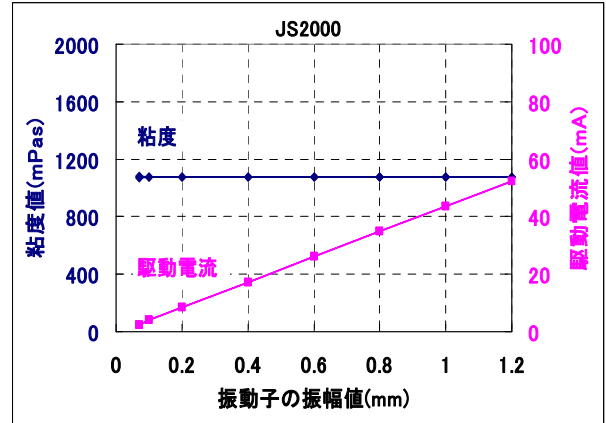


Fig. 5 標準液 JS2000 : 振幅値・粘度、駆動電流

Fig. 4 からニュートン流体は振幅(ずり速度) と粘度(シアストレス)に比例関係のあることが示されています。粘度の標準液となる JS2000 に関しても、標準液として優れたニュートン性を示していると判断されます。

②ビンガム流体 (肌用保湿クリーム)

保湿クリームについて測定した結果について説明します。Fig.6 は振動子の振幅を1分ずつ0.07/0.10/0.20/0.4/0.6/0.8/1.0/1.2mmと、約Δ0.2mm間隔で変化させて、振幅最小から最大、最大から最小まで1往復させて、その時の各粘度を測定したものです。

横軸が時間、縦軸左が粘度、縦軸右が振動子の駆動力(電流)となります。Fig.7はFig.6のデータを、横軸を振動子の振幅、縦軸を粘度と振動子の駆動電流としたものです。振幅がある値よりも大きくなると、粘度値が急激に下がるビンガム流体としての傾向が見られます。また、ずり速度を低下させても、粘度値が測定開始時の値に戻らないチクソ性が確認されます。保湿クリームは、手に取ってこすり合わせた時にクリームの粘度が低下しなければ、伸びが悪くなり、肌に塗り難く、また塗った後では粘度値の高い方が、溶液のたれる心配がなくなります。ですから、この製品は上記特性を持たせるようビンガム流体として設計されていると考えられます。

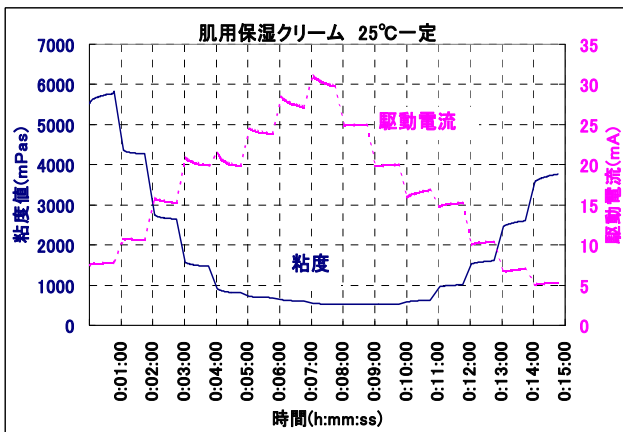


Fig. 6 保湿クリーム : 時間・粘度、駆動電流

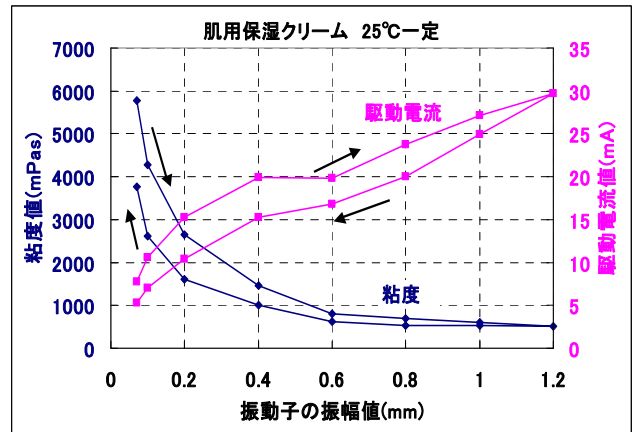


Fig. 7 保湿クリーム : 振幅値・粘度、駆動電流

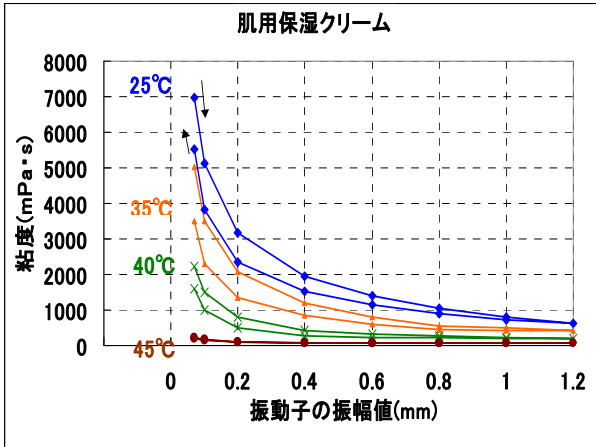


Fig. 8 保湿クリーム：温度変化による振幅値-粘度

Fig.8 は温度を変化させた時の保湿クリームの振動子振幅と粘度の関係をグラフ化したものです。粘度の温度依存性と、温度を変えても低い速度で粘度値の上昇する傾向は変わらない事が理解されます。

③ダイラタント流体（コーンスターチ水溶液：コーンスターチ 62%+水 38%）

Fig.9、10、11 のグラフはコーンスターチの水溶液を測定した結果です。コーンスターチの水溶液中でスプーンを早く動かすと大きな抵抗が、またゆっくり動かすと抵抗力をほとんど感じないこと、つまり速度が大きくなると急激に粘度が高くなる現象のあることが認識されています。このコーンスターチ溶液を測定すると、振動子の振幅が 0.8mmを越えたところで急激に粘度値も高くなることが確認されました。

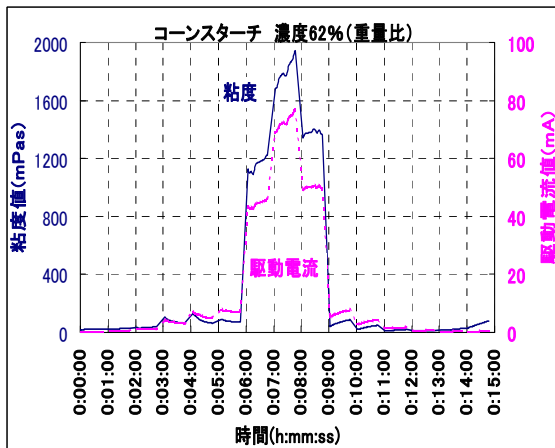


Fig. 9 コーンスターチ(濃度 62%)：時間-粘度

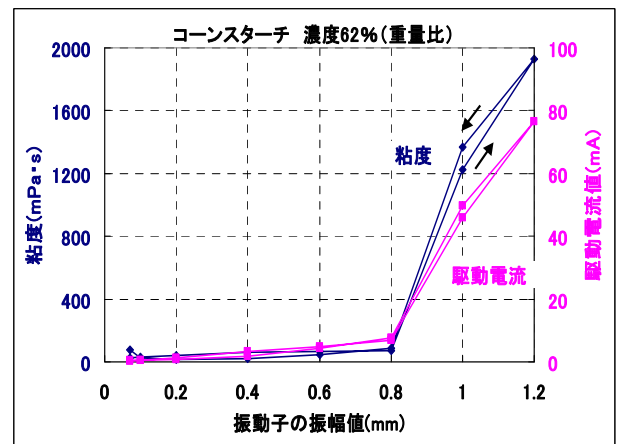


Fig. 10 コーンスターチ(濃度 62%)：振幅値-粘度

Fig.9 は Fig.6 同様、振動子の駆動電流と粘度を各振幅についてグラフ化したものです。また、Fig.10 は振動子の振幅を横軸、粘度を縦軸に表しなおしたグラフです。振動子の振幅が 0.8mmを越えたところで、それまでの 100mPa・s 以下の粘度値が急上昇して 2000mPa・s 近くになることがわかります。

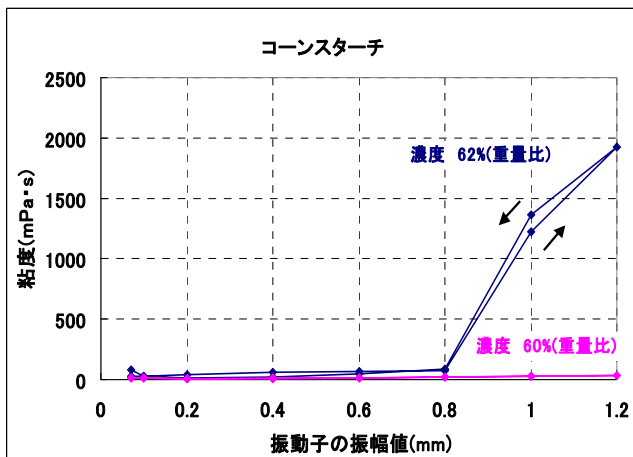


Fig. 11 コーンスターチ：異なる濃度による振幅値-粘度

Fig.11 では水の重量比をわずかに変えて同じ測定を行ったグラフを追加しました。新たに作ったコーンスターチ 60%の試料では、ずり速度の上昇による急激な粘度上昇は見られませんでした。ダイラタント流体の急激な弾性反応が粘度という物理量で測定されたことも初めてと思われませんが、また僅か 2%の混合比率差で急激な粘度の上昇現象が無くなるのは大変興味深い測定結果と言えます。

④チクソトロピー流体（ケチャップ）

最後にトマトケチャップの測定結果について説明します。トマトケチャップにはチクソ性があると言われており、ずり速度の上昇に伴い、粘度が低下していく傾向が見られます。

Fig.12 では、振動子の振幅が大きくなると、当初の粘度 $2000\text{mPa}\cdot\text{s}$ が $900\text{mPa}\cdot\text{s}$ まで低下する現象が確認されました。また、横軸を振動子の振幅、縦軸を粘度表示した Fig.12 では、振幅を減らした時に粘度値が減る特徴的な傾向が確認されました。

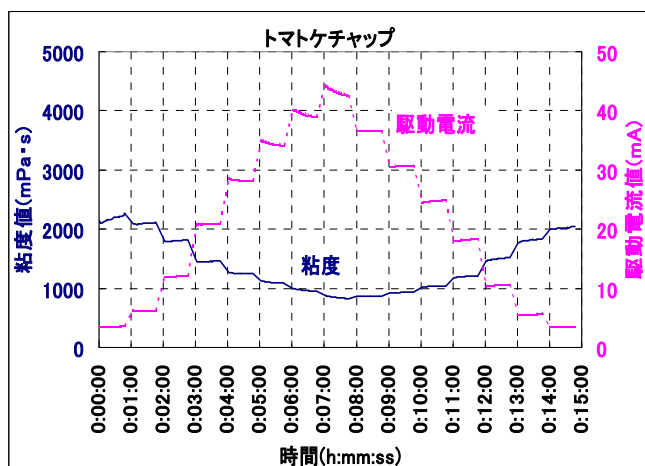


Fig. 12 トマトケチャップ：時間・粘度、駆動電流

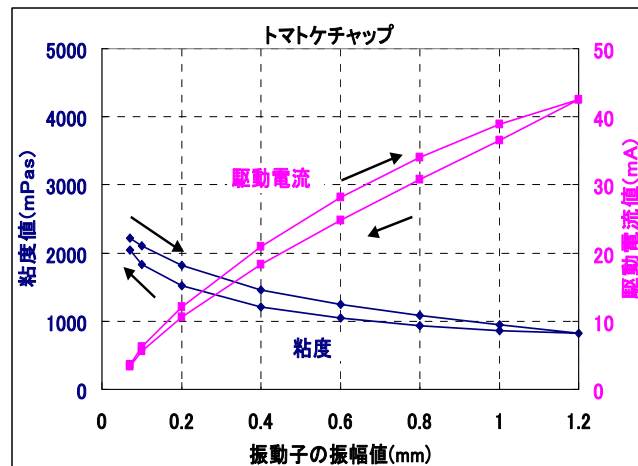


Fig. 13 トマトケチャップ：振幅値・粘度、駆動電流

4) 課題及び今後

音叉振動式粘度計の振動子の振幅を変化させ、ずり速度を変更可能としました。このことで、非ニュートン流体の特長となる現象、例えば液体の挙動を明確化できるデータの取得が可能となり、このデータをグラフ化することで、非ニュートン流体の持つ特異な現象把握が容易に数値化できることも明らかになりました。振動式のずり速度は、振動子が周期的な往復運動をする必要のあることから、ゼロから最大値を行き来するものとなります。この為、ずり速度とシアストレスは実効値として表現される特徴があります。また、音叉振動式を始め、現在のところ振動式には回転式のようにずり速度を構成する明確な相手面が存在していません。また、振動式で得られる粘性抵抗は『粘度×密度』となります。これらの特長や考え方は、既存の粘度計やレオメータとは相容れないものがあると認識されます。

しかし、例えば音叉式粘度計は ①感度が高く、また ②ダイナミックレンジが広く ③液体から固体までの物性変化を粘度として計測でき、かつ計測に必要となる ④エネルギーが大変小さく、⑤被測定材料の物性を変えることなく測定できるなどの特徴的な性能を持っています。

粘度は古くて新しい分野となりますが、計測技術の進歩が新しい材料開発を促進させる事実もあります。そこで、今後は振動式の持つ特性を考慮し、より広範囲な、非ニュートン流体の解析ツールとしての機能向上を目指します。このことで、低粘度の液体から固体に近い高粘度までの材料について、より高度な動的粘弾性測定機器として、磁性流体、塗料、インク、石油関連材料、ポリマー、接着剤、研磨剤やセラミック材料から、製薬、化粧品、食品までの広範囲な新分野での材料開発ツールとして提案していきたいと考えています。

参考文献

- ※1 ㈱エー・アンド・デイ ホームページ 『粘度計 SV-Aseries Users' Handbook』
- ※2 『改訂粘度』 川田裕郎 著 計量管理協会編 コロナ社
- ※3 『振動粘度計の試作』 深田栄一 高分子学会 高分子 1957年1月号 別冊
- ※4 『静粘度 [sv] と振動式粘度計について』 (社)計測自動制御学会計測部門 第24回センシングフォーラム