

月刊『計測技術』提出原稿

分類 製品と技術

- 1) タイトル 振動式レオメータ RV-10000
 - 2) サブタイトル 新方式レオメータにより得られる各種液体の粘性について
 - 3) キーワード 音叉振動式レオメータ、静粘度
- 4-1) はじめに

世界で唯一となる音叉振動式レオメータの測定原理及び製品仕様、計測事例について説明する。

粘度に関わる測定の歴史は古く、カップ式、細管式、回転式や落球式を中心に粘性測定が行なわれて来た。例えばカップ方式では、自動車のエンジンオイルを管理する目的で使われる、円錐形のフォードカップと呼ばれる容器がある。これは、円錐形容器に溜まったオイルが、容器底面の細い部分を通過する時間で、粘度を測定管理する方法となる。

これらの粘度測定方法は、いずれの方式も測定対象とされる液体や、使用業種が限定されており、特に車関連の工業用オイルでは米国の ASTM 規格が一般的であるなど、粘度測定に関する歴史的な背景がある。しかし、過去いずれの粘度測定方式も、対象となる被測定液体の汎用性に乏しく、色々な液体の粘度をワイドレンジで定量的に測定するのが難しい問題を抱えている。このことが、粘度計に汎用性の乏しい理由の一つとなっている。それは多くの粘性測定装置が計測器では無く、測定対象を限定した試験機として規格化され、使われている事実からも明らかと言える。

今回、液中の振動子 2 つを音叉振動させる方式となる、感度の高い音叉振動式粘度計を利用して、音叉振動式レオメータを開発した。このレオメータを使用することで、特に水付近での低粘度から、硬いハチミツ程度となる $10000\text{mPa}\cdot\text{s}$ までの、広範囲な連続した粘度測定が実現され、同時に音叉振動する振動子の変位量を変化させることで、ずり速度をパラメータとした粘度測定を可能とした。この音叉振動式レオメータを利用する事で、ダイラタント流体、ビンガム流体、流体のチクソ性など、非ニュートン性の強い液体の簡便な測定が可能となった。

感度が高い音叉式では、粘度を検出するのに必要となる計測エネルギーが最小となる為、液体の組成変化を最小限として測定することができる。この音叉振動式レオメータの原理、測定例、及び振動式で測定される新たな物理量となる『静粘度』について報告する。

4-2) 振動式粘度計の開発経緯

粘度関係のバイブルとなる書籍『改訂粘度』が昭和 33 年 11 月に、当時の工業技術院計量

研究所の川田裕郎(かわたみちお)氏の著作により発行されている。この書籍は、現在残念ながら販売されていないが、6 章に『振動法による粘度測定』として複数の振動式粘度計に関する理論の詳細や特長が書かれている。

この書籍によると、音叉振動式レオメータの原理となる振動片粘度計は数 cP から数万 cP の広範囲測定ができ、測定精度 3~5%、連続測定可能、他の粘度計と比較して少ない量となる $2\sim 3\text{cm}^3$ の試料で測定でき、不透明液体も測れ、粘度×密度の指示が得られる、粘弾性流体の場合は弾性の影響を受ける、など振動式の特長が書かれている。

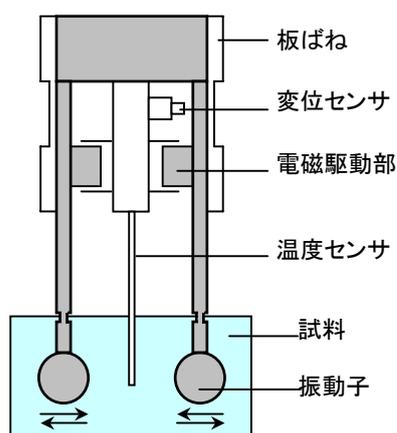
書籍以外では、高分子学会の発行する機関誌『高分子』1957 年 1 月号の別刷に深田栄一氏が『振動粘度計の試作』と題名した論文を投稿されている。ここでは、測定原理、壁と振動板との関係、ポリ塩化ビニルのゲル化などについての実測例が、データとして示されている。

これらの振動粘度計は振動子 2 枚を音叉として利用したものではないが、振動式が 50 年以上前に理論確立され、実用化手前までの段階にあったことを示している。振動粘度計で振動子が 1 つの場合、振動子に往復運動をさせるのに必要となる駆動力に対する反力が、振動子を支持する軸部に発生して、駆動系に干渉する。特に駆動力が小さい低粘度領域では、被測定液体自体のダンパーとしての効果が小さく、測定のバラツキや感度が上げられないという潜在的な問題があった。そこで、その問題を解決すべく振動子を 2 枚とした、反力ゼロの音叉式粘度計が開発された。

5) 音叉振動式粘度計の測定原理と静粘度

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る。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、粘度を求めている。また、振動粘度計では原理的に粘性抵抗として粘度×密度が求まる。この粘度×密度を『静粘度』※1 と呼んで、動粘度、粘度と区別している。

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



第1図 粘度検出部の機構

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る。

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する。第1図に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 ：液体の密度となる。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

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

と表すことができる。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）※1 に比例していることがわかる。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いる。

6) 音叉式レオメータへの展開と実測例

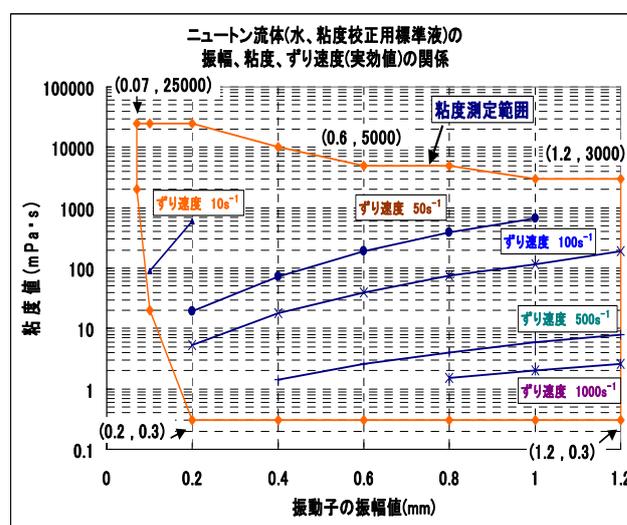
音叉振動式粘度計を応用したレオメータ（レオビスコ）では、高感度の維持を最重要課題としたこと、構造上の共振点となる固有振動数を変化させずに、振動子の振幅を段階的に変えてずり速度を変更し、その各ずり速度で振動子を駆動する時のトルクと振動子の表面積からシアストレスを計算して静粘度を求めている。

また、本報告では、静粘度の単位系が現在確定していないので、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： $\text{mPa}\cdot\text{s}$ と表記している。写真1に製品の外観図を示す。製品の構成は粘度計と同じである。また、現在、レオビスコで測定可能なずり速度の



写真1 製品の外観

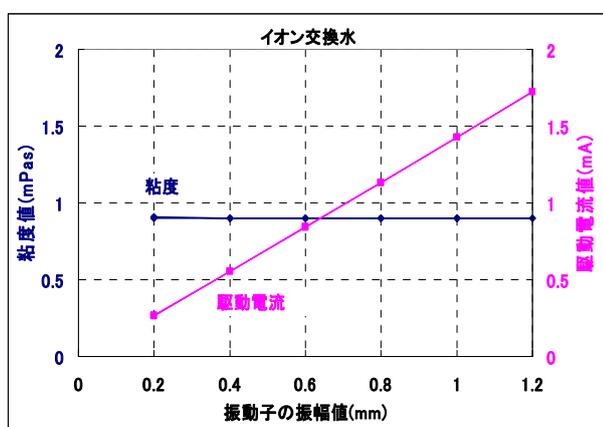
範囲は水と JS2000 を基本とすると、振動子の振幅で $0.2\sim 1.2\text{mm}$ 、ずり速度換算で $10\sim 2000\text{ s}^{-1}$ となる。RV-10000 では、一般的な振動式と同様に、振動子にサイン波での繰返し振動が与えられる為、回転粘度計とは異なり、一定値のずり速度は決まらない。そこで、刻々と変化するずり速度を実効値に換算して表記している。つまり、ずり速度は時間と共に変化するとの認識が必要になる。RV-10000 の測定可能粘度範囲とずり速度についての関係を第2図に示した。



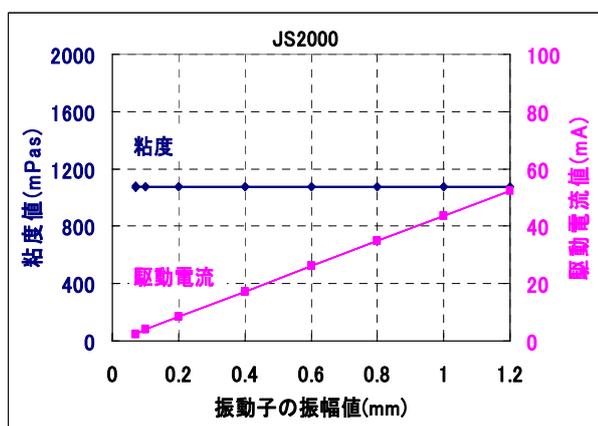
第2図 ニュートン流体の振幅、粘度、ずり速度の関係

6-1) ニュートン流体の測定について

水(イオン交換水)と JS2000(粘度標準液)の測定結果について説明する。水は化学的に安定な物質で粘度の標準物質となり、 20°C で $1.00\text{ mPa}\cdot\text{s}$ の粘度値と規定されている。比較的温度変化は小さいが、室温付近で 1°C 当り約 -2% の粘度変化があり、粘度測定時には温度管理に注意が必要である。第3、4図に水と JS2000 について、温度 25°C 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 $0.2(0.07)\sim 1.2\text{ m}$ まで変更した時の粘度値をプロットした。第3図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る。粘度の標準液となる JS2000 についても、標準液として優れたニュートン性を示している。



第3図 イオン交換水：振幅値・粘度、駆動電流

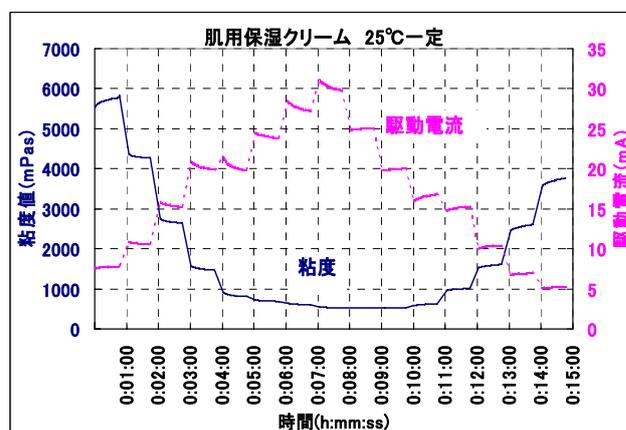


第4図 標準液 JS2000：振幅値・粘度、駆動電流

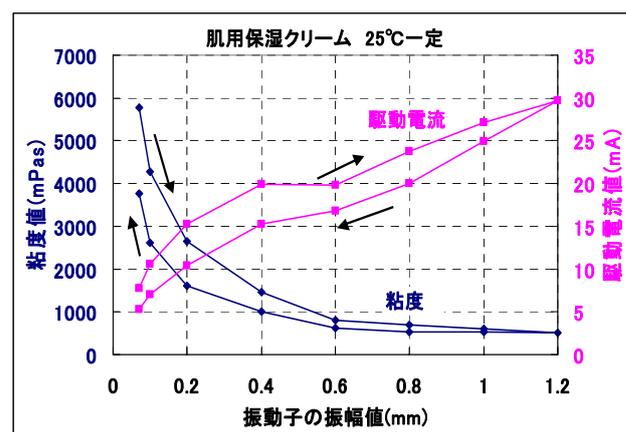
6-2) ビンガム流体 (肌用保湿クリーム)

保湿クリームについて測定した結果について説明する。第5図は振動子の振幅を1分ずつ $0.07/0.10/0.20/0.4/0.6/0.8/1.0/1.2\text{ m}$ と、約 $\Delta 0.2\text{ m}$ 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。

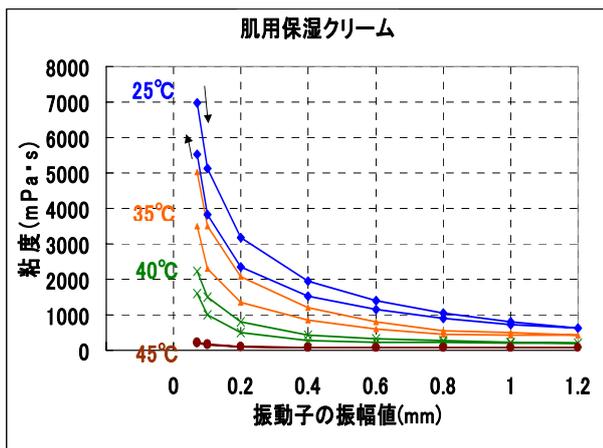
横軸が時間、縦軸左が粘度、縦軸右が振動子の駆動力(電流)となる。第6図は第5図のデータを、横軸を振動子の振幅、縦軸を粘度と振動子の駆動電流としたものである。振幅がある値よりも大きくなると、粘度値が急激に下がるビンガム流体としての傾向が見られる。また、ずり速度を低下させても、粘度値が測定開始時の値に戻らないチクソ性が確認される。保湿クリームは、手に取ってこすり合わせた時にクリームの粘度が低下しなければ、伸びが悪くなり、肌に塗り難く、また塗った後では粘度値の高い方が、溶液のたれる心配がなくなる。よって、この製品は上記特性を持たせるよう、ビンガム流体として設計されていると考えられる。第7図は保湿クリームの測定において、温度を変化させた時の振動子の振幅と粘度の関係を、グラフ化したものである。粘度の温度依存性と、温度を変えても、低いずり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る。



第5図 保湿クリーム：時間・粘度、駆動電流



第6図 保湿クリーム：振幅値・粘度、駆動電流



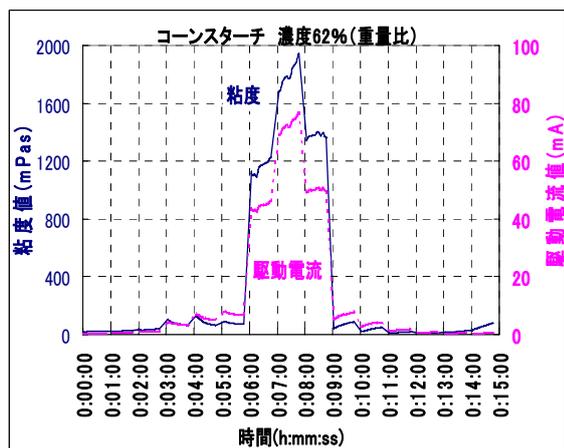
第7図 保湿クリーム：温度変化による振幅値・粘度

6-3) 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%）

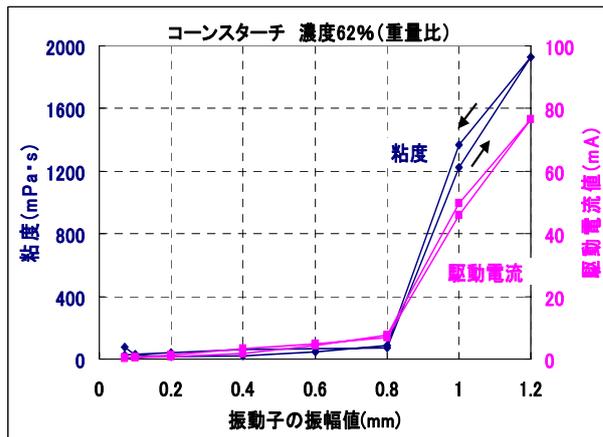
第8、9、10図のグラフはコーンスターチの水溶液を測定した結果である。コーンスターチの水溶液中で、スプーンを早く動かすと大きな抵抗が、またゆっくり動かすと抵抗力をほとんど感じないこと、つまりずり速度が大きくなると急激に粘度が高くなる現象のあることが、認識されている。このコーンスターチ溶液を測定すると、振動子の振幅が 0.8mmを越えたところで、急激に粘度値も高くなることが確認された。

第8図は第5図同様、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ある。また、第9図は振動子の振幅を横軸、粘度を縦軸になおしたグラフとなる。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る。

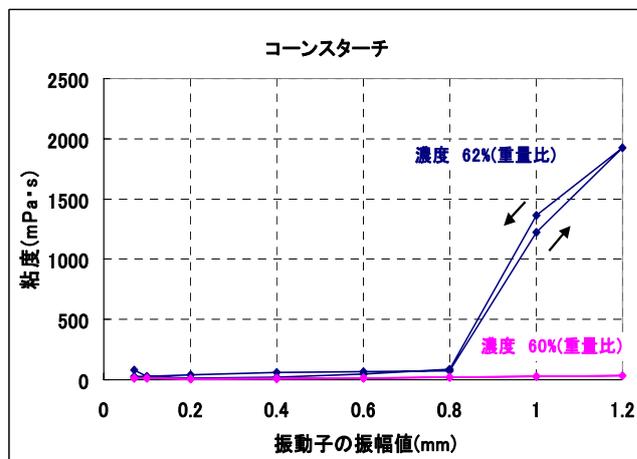
第10図では水の重量比をわずかに変えて同じ測定を行ったグラフを追加した。新たに作ったコーンスターチ 60%の試料では、ずり速度の上昇による急激な粘度上昇は見られなかった。ダイラタント流体の急激な弾性反応が、粘度という物理量で測定されたことは初めてと思われる。また僅か2%の混合比率差で、急激な粘度の上昇現象が無くなるのは、大変興味深い測定結果と言える。



第8図 コーンスターチ(濃度 62%)：時間-粘度



第9図 コーンスターチ(濃度 62%)：振幅値・粘度



第10図 コーンスターチ：異なる濃度による振幅値・粘度

7) まとめと課題

新しいレオメータとして音叉振動式を採用した RV-10000 の販売を開始した。RV-10000 では、既に販売実績のある音叉振動式粘度計を応用して、振動子の振幅を変化させることで、ずり速度を変化させた。この対応により、ずり速度をパラメータとした、非ニュートン流体の急激な粘性変化や挙動を測定できる事が、特徴的な複数の試料から確認された。今後はレオメータとしての機能を向上させた製品を開発し、音叉振動式レオメータで得られる、低粘度領域の各種液体物性の定量化を進め、利用範囲を広げていきたいと考えている。

<参考文献>

※1『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

出雲直人
 (株)エー・アンド・デイ 第1設計開発本部 第5部
 〒364-8585 埼玉県北本市朝日1-243
 TEL：048-593-1362
 E-mail：nizumo@aandd.co.jp