

第30回センシングフォーラム 投稿原稿

テーマ：静粘度測定に関する『ずり速度(シアレート)』の検討

(英題：The study for “shear rates” regarding the measurement of “static viscosity”)

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

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：2013年8月29日(木)、30日(金)

会場：信州大学 繊維学部
(長野県上田市)

静粘度測定に関する『ずり速度(シアレート)』の検討

(株)エー・アンド・デイ 設計開発本部 第5部 ○出雲直人、菅野将弘、深見雄二、清水幸子

The study for “shear rates” regarding the measurement of “static viscosity”

○Naoto Izumo, Masahiro Kanno, Yuji Fukami, Sachiko Shimizu A&D Company Limited

ABSTRACT

Making use of a tuning-fork vibration rheometer (viscometer), we measured and studied the viscosity with the parameters of shear rates or the gaps between the sensor plate and the wall surface of cup, for both Newtonian and non-Newtonian fluid .

Keywords

Static viscosity{= viscosity x density}, shear rate, tuning-fork vibration method, effective value of shear rates, propagation constant of shear rates

1) はじめに

流体の特性を評価するには ずり速度の変更が避けられない。回転式レオメータをベースに ずり速度の違いから、ニュートン流体と非ニュートン流体の違いを考えてみる。ニュートン流体では、ずり速度の変化に ずり応力が比例し、その比例定数となる粘度値が一定となる。一方、非ニュートン流体では、ずり速度の変化と ずり応力の変化に比例関係が無く、その結果、比例定数として定義される粘度が一定値にならないとされている。

この事は、本来液体にかかる ずり速度が一定で、その ずり速度の変化に対して、液体が比例関係にある均一構造を維持すれば、ずり速度に比例した ずり応力が得られ、粘度値が一定になると理解される。つまり、非ニュートン流体の ずり速度に対して、材料の構造変化が比例する場合、非ニュートン流体の非線形性は液体内で発生する ずり速度が回転式粘度測定器の回転数に比例しない事に起因していると言える。

非ニュートン流体で、ずり速度に比例する構造変化以外はないと仮定し、かつ粘度値が色々な形の非線形性を示す場合、回転式粘度計の幾何学形状から決定される ずり速度が、実際には各液体で、また同一液体でも回転数により異なる事を意味していると言える。

例えば、水を含んだ砂や、片栗粉、コーンスターチなどのダイラタンシー流体では、ずり速度に対して著しい粘度変化を示す事が明らかとなっており、手で触った感覚からもダイラタント流体の粘度変化が急激に起こる事が確認されている。ダイラタンシー以外の一般的な非ニュートン流体の粘度値の変化は、固体やニュートン流体などの一般的な材料のストレスによって起こる物性変化と異なり、人の感覚と異なる測定結果と感じられている事実もある。

以上の考察から、液体の粘度値を決める主要因と推察される ずり速度の実態が判断できれば、非ニュートン流体を含む液体の挙動についての疑問を解明する糸口になると考えられる。本報告では、ずり速度の実態を解明すべく、①音叉振動方式を採用した粘度計の振幅を変化させ、ずり速度を変更させる。②粘度検出部となる振動子表面と液体容器の壁との距離を変えて、2次的に ずり速度を変更した場合について実験し、流体に加わる ずり速度の違いが粘度値に与える影響についての検討を試みた。

2) 音叉振動式レオメータの原理と構成、及び提案

○測定原理：振動式粘度計の歴史は古く、半世紀以上前となる昭和 30 年代には、既出版物や研究発表がなされている。※1、※2 これらの文献では、振動式の原理や、測定で得られる物理量が [粘度×密度] の積となること、また粘弾性を伴う非ニュートン流体にも適応できる方式であるなどの紹介がなされている。

音叉振動式粘度計は、上記振動式を発展させた方式となり、特に振動子を2枚設定し、かつ音叉のように共振させてセンサ部から外部へ伝わる反力を低減させ、感度を高めた方式となる。また電磁平衡式天びんと同様な構成要素を利用し、零位法と言われる変位(振幅)一定の条件下で、液体を振動させるのに必要となる駆動力から粘度値を求める方法となる。※3

○機器の構成

音叉振動式レオメータ:RV10000の構成について説明する。外観図を Fig. 1 に、センサ部の内部構造を Fig.2 に示す。音叉振動式のセンサ部は、駆動トルクを発生する電磁部、振動子の動きを検出する変位センサ部と、恒弾性バネ材に支持された振動子から構成される。実は、これらの構成要素は精密な電子天びんに利用されるものと同じとなっており、粘度の最小表示: $d=0.01\text{mPa}\cdot\text{s}$ を連続測定可能な粘度の最大値 $10000\text{mPa}\cdot\text{s}$ で割った分解能は、電子天びん相当の100万分の1となっている。



Fig.1 RV10000の写真

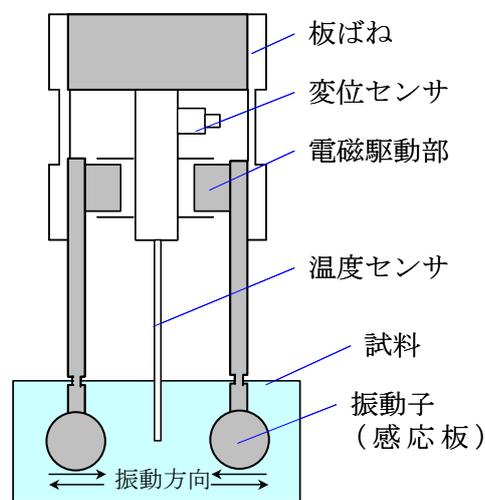


Fig.2 測定部のモデル図

○静粘度について

細管式の粘度計では[粘度÷密度]が動粘度として測定される。また回転式粘度計では[粘度]が求まる。これらの方式に対して振動式では測定原理から[粘度×密度]が求まる。この粘度×密度を『静粘度』と定義した。※4

○ずり速度の実効値について

無限な空間を占める2枚の平行板間だけに液体を充填し、片方の板を動かして、2枚の板間に一定のずり速度を与えるというずり速度の定義は容易である。しかし、原理を忠実に実現できた粘度計、レオメータや粘性測定器は未だ存在していない。音叉振動式では、振動子が往復運動しているので、時間変化に対して刻々とずり速度は変化している。そこで、正弦波で振動する動きを考慮して、各時間での振動子の振幅(速度)を二乗して合計し、その合計を平方根で開きずり速度を実効値として定義した。音叉振動式レオメータで測定される各粘度値におけるずり速度を、Fig. 3に示した。

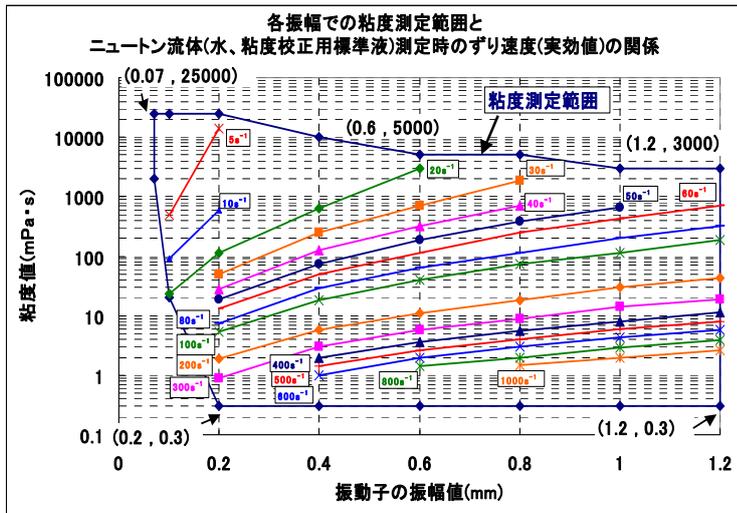


Fig.3 振動子の振幅と粘度測定範囲&ずり速度分布

図の外枠は振動子の各振幅に対する粘度測定可能範囲を示す。また、枠内のカーブはニュートン流体における各粘度値でのずり速度を表している。同じ振幅を加えても粘度値によりずり速度の伝播距離が異なることは、少なくともニュートン流体では、同じ振幅でも粘度値によりずり速度が異なることを表している。

○ずり速度の伝播定数について Fig.4

音叉振動式の場合、粘度値が既知の液体を利用し、その液体中で振動子を動かし、その時の振動子に必要な駆動トルクを測定することができる。この駆動トルクから得られるせん断力を、振動子の接液表面積で割ることで、実効値としてのずり応力が求まる。このずり応力を既知となる液体の粘度値で割ることで、ずり速度を求めることができる。また、振動式におけるずり速度(応力)の伝播範囲は、理論式により求めることができる。また振動子との境界条件となる壁面距離をパラメータとし、実測した粘度値から推測する方法も考えられる。

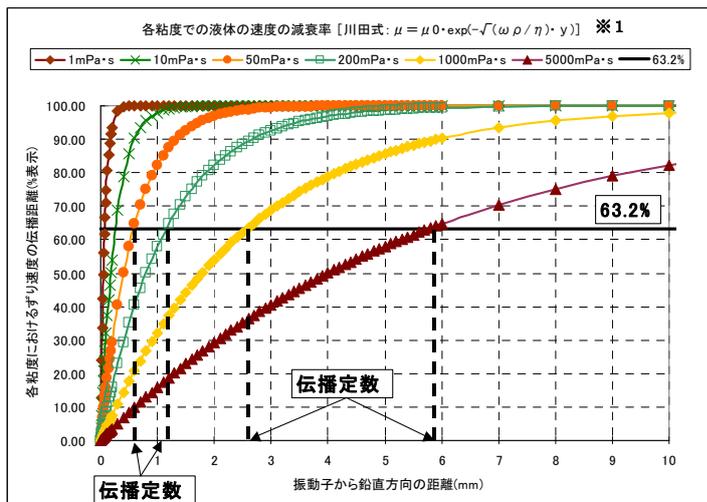


Fig.4 伝播定数のグラフ化

今まで議論とならなかったずり速度の伝播距離について検討する。Fig.4では、容器を無限大と仮定して、各粘度値について、伝播範囲を示した。最大となるずり速度の伝播距離に対して、時定数となる0.632を掛けて、このY軸切片となる直線と、各ずり速度の伝播カーブとの交点を求めている。この距離をずり速度の伝播定数(mm)と定義し、以降で論ずるずり速度の検討に利用する。グラフからは、粘度値が5000mPa・sと高くても、粘度の伝播定数は約6mmとずり速度の減衰が急激であることが理解される。

3) 実験方法

使用機器と構成 Fig. 5 : 使用機器と実験の構成

音叉振動式レオメータ : RV10000 とその付属品 : 循環水ジャケット、ガラス容器 13m l を使い、市販品となる恒温水槽を利用して一定温度下での粘度測定を繰り返した。振動子と容器壁の距離は、RV10000 に付属する XYZ ステージの Y 方向の送り機構を利用して調整した。また、振動子の振幅は 0.07、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.2mm と段階的に変更した。

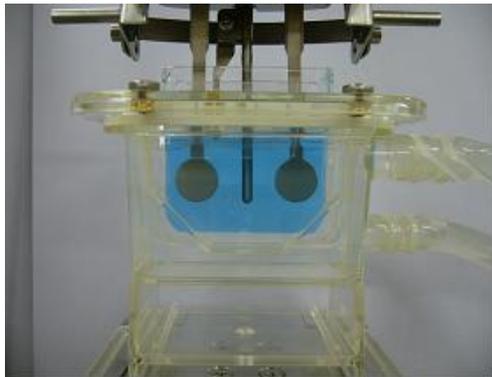


Fig.5 正面写真



Fig. 6 側面写真 : 中央部に温度計と振動子

4) 実験結果

音叉振動方式を採用したレオメータ : RV10000 を利用し、振動子の振幅を変化させ、その各振幅時での粘度値を測定し、ニュートン流体と非ニュートン流体の挙動を、測定された粘度値から明らかにした。また、振動子と壁面間の距離を変化させ、ずり速度の及ぶ境界条件を変更し、ずり速度の変化が液体に与える影響についての実験データを得た。

○振動子の振幅、振動子と壁面間の距離を変えた場合の粘度値変化測定

a) 精製水の測定結果 Fig. 7

精製水はニュートン流体の代表となる。振動子の振幅を 0.2mm(300/s)~1.2mm(1800/s) まで6段階変更しても、壁面からの距離が一定であれば、振幅(ずり速度)変化に対する粘度値の変化は、機器の繰り返し性保証内となり影響が見られなかった。しかし、壁面が近くなるにつれ粘度値が上昇する事が確認された。

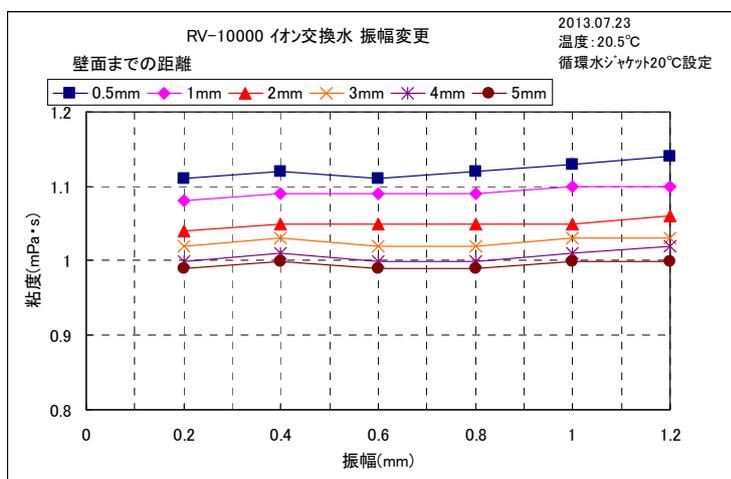


Fig. 7 精製水の測定結果

壁面距離に関して、振動子が近づくと発生する粘度値変化の感度は、ずり速度の時定数と比較して大きく。2 mm以下では顕著な粘度値の上昇が確認された。

b) 粘度標準液(JS20)測定結果

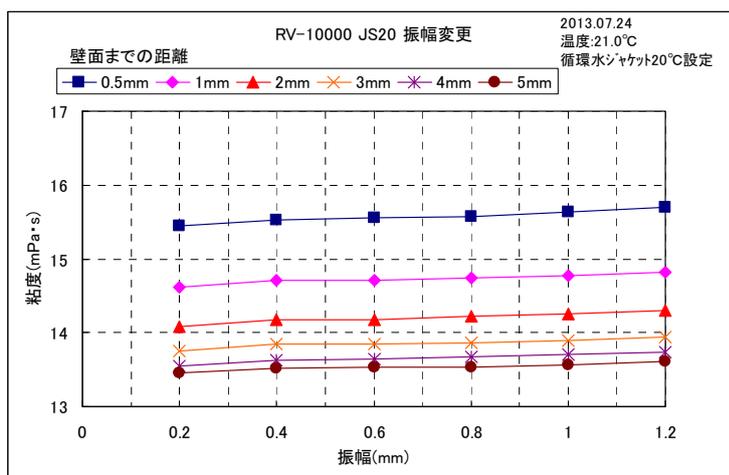


Fig.8 粘度標準液 JS20 の測定結果

Fig.8は炭化水素系粘度標準液 JS20 の測定結果となる。精製水と同様な傾向が見られ、振幅に因らず、振動子を壁面に近づけると粘度値の上昇が確認された。粘度値は水の約 10 倍となるが、壁面距離による粘度値上昇割合は水に近い傾向が測定された。

c) 生クリームの測定

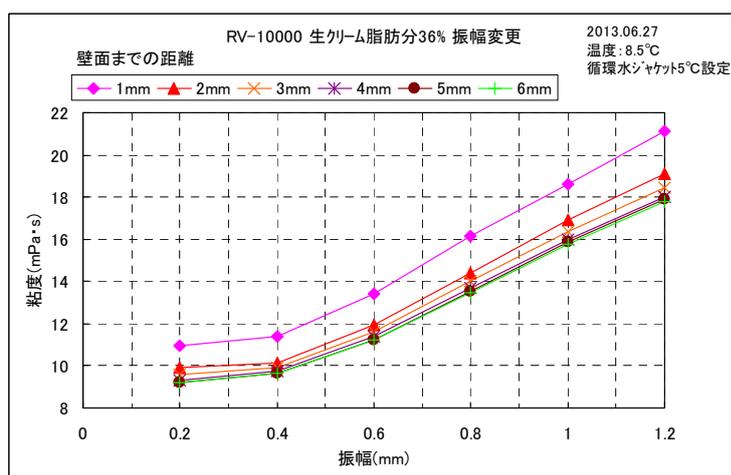


Fig.9 生クリームの測定結果

Fig.9は生クリームの測定結果となる。安定したダイラタント性を示す希少な材料となり、振幅が大きくなると、粘度値も大きくなる。また、振動子が壁面に近くなると水や JS20 同等の粘度値の上昇する傾向が見られた。

5) 結論

- 音叉振動式粘度測定法において、振動子の振幅を変化させることで、ニュートン流体と非ニュートン流体の識別が可能となった。
- また、振動子の振幅を変化させることで、非ニュートン流体の ずり速度に対する粘性変化が判断できるようになった。
- 振動子と壁面との距離を変えると、粘度値の変化が測定された。壁面までの距離が一定距離よりも狭くなると、急激な粘度値上昇が出現し、この現象はニュートン、非ニュートン流体両方で確認された。

6) 考察と課題

- 新たに、ずり速度の伝播定数の概念を導入・定義することで、ずり速度の伝播領域について理論による数値と実測値との比較が定量化できるようになった。
- 容器壁面の影響は、各液体の粘度値に対して、固有となる一定距離以下に容器壁面が近づいた時点で顕著になる。ずり速度の到達距離は『液体の速度の減衰率』※1として古くから理論展開されていたが、RV10000 で実測されたデータとは数値が大きく異なっていた。

- 今回初めて振動式の理論値と比べられる実験値が得られたが、そのスケーリングを含め、容器壁面の影響などの検討が今後の課題となる。
- 理論式から導かれる ずり速度の伝播距離(伝播定数)は境界条件が無限大の場合となり、水で 0.07 mm、粘度値 10mPa・s にて 0.25 mm、50mPa・s にて 0.55 mm程度となる。しかし、音叉振動式で得られた粘度値の変化からは、振動子と容器壁面の距離が数mmあっても境界条件として干渉し、粘度値変化として影響を与えることが判明した。
- 過去、水に近い低粘度領域において、容器の壁面と粘度計のセンサ部との距離を変えた測定を行い、同時に ずり速度も変えて粘度値との相関について実験された例は確認されていない。その理由の一つは、現在主流となっている回転式粘度計は感度が低く、①特に低粘度側での測定の繰返し性が乏しいこと。また②液体に加わる強制力が強すぎて、材料の変化が発生し、回転子と外周の距離をパラメータとした実験には不向きなこと等があると判断される。
- 水と JS20 の粘度値は、ずり速度の影響を受けないことが確認された。しかし、壁面距離の影響については、振動子に対して壁面が数mm以下に接近すると、非ニュートン流体となる生クリーム同様に大きく壁面からの影響を受けることが判明した。
- この原因としては、①振動子から発生する ずり速度の理論的な到達限界より壁面が遠くても、振動子から発生する ずり速度と壁面から反射される ずり速度の干渉が発生する。②振動子と容器壁面が近づくと接液面での滑りが起きる。③同様に振動子端面と壁面の干渉する影響が顕著になる為、と推測される。
- 粘性測定の基本は、ずり速度と ずり応力と粘度値となる。この粘性測定において不確定な要素は ずり速度となる。そこで 粘性に関わる基本モデルの確立には、ずり速度の理論化や実測による定量化の試みを、より精度を上げて継続して進める必要がある。

参考文献

- ※1 川田裕朗 著作『改訂 粘度』コロナ社
- ※2 深田栄一 『振動粘度計の試作』 高分子学会 1957年1月号別冊
- ※3 APMF2009 : 『Technological Background and Latest Market Requirements concerning "Static Viscosity" Measurement with a Tuning-fork Vibration Viscometer』
- ※4 第29回センシングフォーラム 計測自動制御学会
『音叉振動式レオメータ：レオビスコ RV-10000 の特徴』