

第 82 回 日本分析化学会有機微量分析研究懇談会

第 98 回 計測自動制御学会力学量計測部会

合同シンポジウム(第 32 回 発表資料)

テーマ：粉体の粘性抵抗に関する新しい測定・評価方法

(英題：New measurement and evaluation methods for viscous
resistance of powder)

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、清水幸子

主催：日本分析化学会有機微量分析研究懇談会

共催：S I C E (社) 計測自動制御学会力学量計測部門

後援：愛媛大学

協賛：日本分析化学会・日本化学会・日本薬学会

会期：2015年5月28日(木)、29日(金)

会場：愛媛大学 南加記念ホール・校友会館

粉体の粘性抵抗に関する新しい測定・評価方法

－ 音叉振動式レオメータを利用した粉体の粘度測定について －

(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、清水幸子

キーワード：粉体の粘性&粘性抵抗、音叉振動式レオメータ、せん断速度、せん断応力、静粘度

1. はじめに

粘度は一般的に液体の粘性を表す量として使用されている。それでは固体には粘性がないかと聞かれると、温度や圧力などの環境条件により、また、試料に加わるせん断応力の大きさによっても、液体としての挙動が付加され粘弾性を示す事がある。

固体の一種となる粉体においても、粒子の大きさや、粒度分布、粉体の密度や状態、各種材料固有の物性などにより、粘性抵抗と呼ぶのが妥当と思われる特性が出現する。しかし、現在まで粉体の持つ粘性抵抗を粘度値として計測した事例は報告されていない。

粉体についても、液体同様に生産プラントでの流動性設計は重要な問題であり、また新素材開発においても、粉体の挙動を決める粘性の測定は不可欠で、材料設計での重要課題となっている。

本報告は、新しい粘度測定方法となる音叉振動式レオメータを利用し、各種粉体の持つ粘性を粘度値として、また、せん断速度を変化させた時の粘度値変化として検出し、まとめた結果となる。

2. 実験方法

音叉振動式粘度計については、既に多くの資料*1がある。実験に使用した音叉振動式レオメータ*2は、音叉振動式粘度計と測定原理は同じである。粘度計との違いは、せん断速度を可変とし、せん断速度に対する粘度の依存性を確認できる機器として位置付けられている。

この方式による粘度測定は、被測定試料に加わる印加エネルギーが小さく、測定する事により発生する試料の構造変化や破壊を起こさない。その結果、測定による試料の発熱がほとんどない状態での粘度測定が可能となっている。計測に必要なエネルギーが小さい事は、測定感度が高いことを意味しており、その結果、水の近辺の低粘度から、水の10000倍となる高粘度までの安定した粘度の連続測定が可能となっている。

音叉振動式を含む振動式粘度計では、その測定原理から、測定される粘性抵抗が粘度と密度の積『静粘度』*3となる。しかし、静粘度の定義が粘度測定に関わる関係者間で確定していない現状があるので、本報告では測定される試料の密度を1と仮定して無次元化して、粘度として表記している。

3. 測定結果

3-1) 工業用粉体の測定

Fig.1、2、3、4 は、それぞれタルク、炭酸水素ナトリウム、酸化アルミニウム、炭酸カルシウムについて、振動子の振動数 30Hz を固定し、振動子の振幅を 0.07/0.1/0.2/0.4/0.6/0.8/1.0/1.2mm の 8 段階に連続して変化させた結果となる。測定は振動子の振幅を小さい方から大きい方へ、また最大の振幅になってからは、振幅を徐々に減少させた時の粘度値を計測した結果となる。

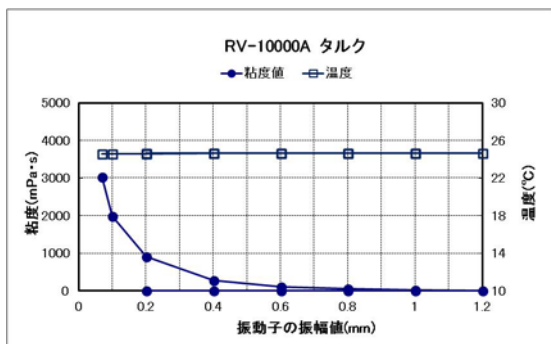


Fig. 1 タルク(かさ密度 0.39g/cm³)

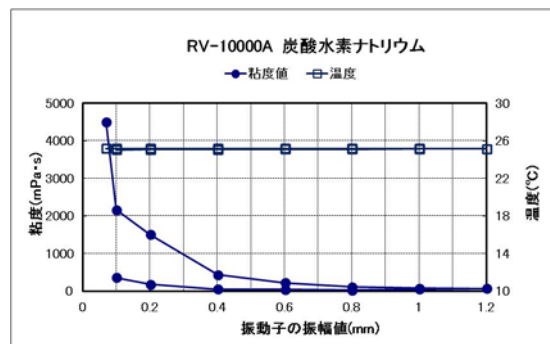


Fig. 2 炭酸水素ナトリウム
(かさ密度 0.97g/cm³)

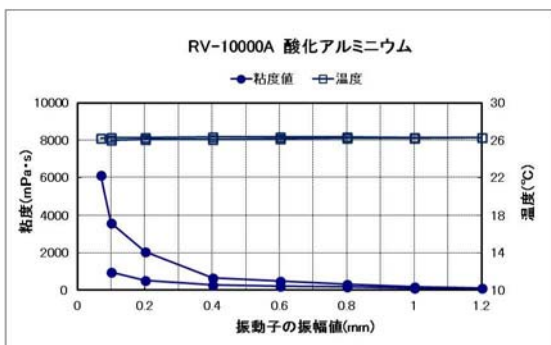


Fig. 3 酸化アルミニウム
(かさ密度 0.82g/cm³)

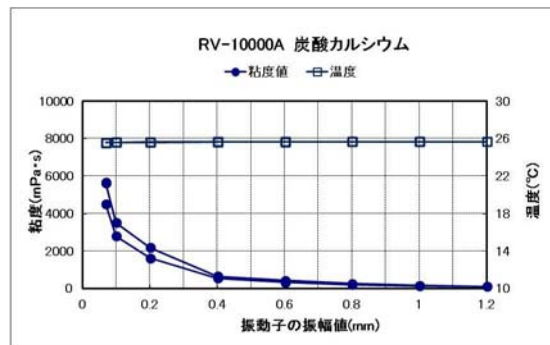


Fig.4 炭酸カルシウム
(かさ密度 0.61g/cm³)

Fig.1 のタルクでは、せん断速度が小さい振幅 0.07mm 時には 3000mPa・s の粘度が、1.2mm の振幅では、10mPa・s の低粘度となる。また振幅を小さくしても、粘度値の上昇は見られない。タルクは振動が加わると粘性が低下し、その状態はせん断速度を小さくしても元には戻らない履歴性を持つ粉体といえる。

Fig.2, 3 の炭酸水素ナトリウム、酸化アルミニウムについても、値は異なるが、タルクと同様な傾向となる粘度値変化が確認された。タルクと 2 種類の粉体が大きく異なるのは、振幅減少時に粘度値の上昇傾向が確認される点となる。

Fig.4 の炭酸カルシウムでは、振幅増加と減少時の粘度値に差が小さく、せん断速度の履歴に対する粘性の依存性が小さい材料といえる。

3-2) 粉体となる食品の測定

2種類の小麦粉（薄力粉／強力粉）、かたくり粉、薄力粉＋水の粘度測定結果をFig.5、6、7、8にまとめた。

これらの粉体では、せん断速度に対する粘度の依存性が大きく、せん断速度が大きくなると急激な粘度値の減少がみられる。また、かたくり粉では、せん断速度の履歴に、粘度値が大きく影響を受けることが理解される。薄力粉と水を重量比で等量混ぜた水溶液では、薄力粉単体と比較して、粘度値の上昇と粘度値のせん断速度変化に対する依存性低下、及びせん断速度への履歴が出現する。

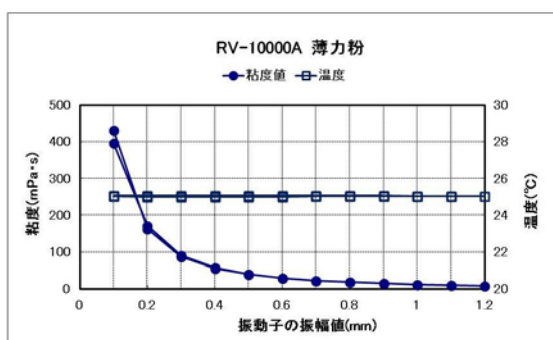


Fig. 5 薄力粉(かさ密度 0.49g/cm³)

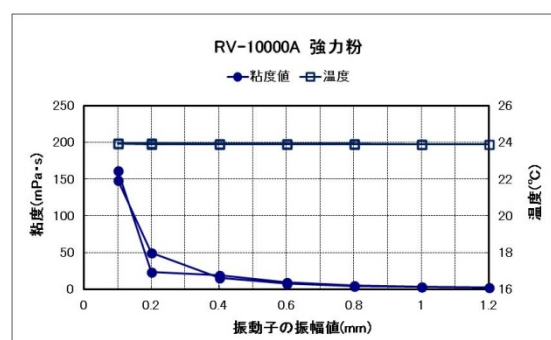


Fig. 6 強力粉(かさ密度 0.56g/cm³)

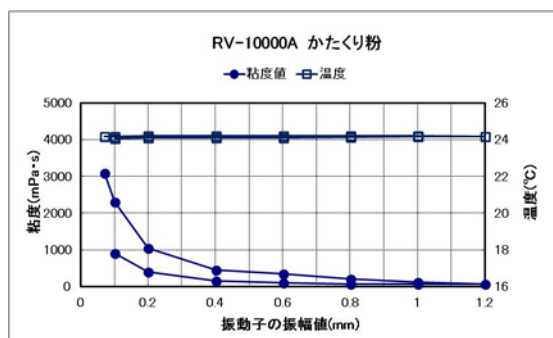


Fig. 7 かたくり粉(かさ密度 0.70g/cm³)

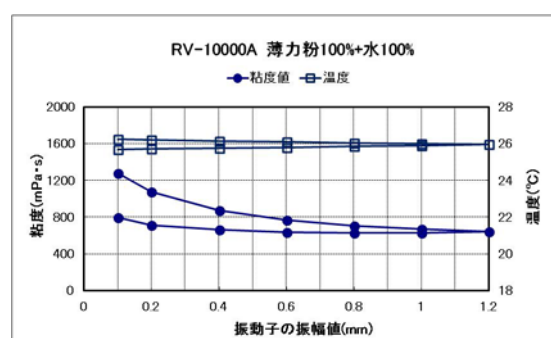


Fig. 8 薄力粉 100%+水 100%

4. 考察及び今後の課題

開発した音叉振動式レオメータを利用し、粉体の粘度測定結果の第一報として実験結果をまとめた。粉体については、粒子の大きさや密度、粒度分布、湿度などによる表面状態が、粘性抵抗に大きく影響すると言われている。それらをすべてが明らかにできれば、粉体の粘性評価方法として、応用できる市場は大変広範囲な領域に及ぶと推察される。しかし、粉体そのものについての物性測定は、それに影響を与える因子が莫大となり、計測機メーカーの負担できる範囲を超えている。そこで、本実験では工業製品として、また食品として比較的入手の容易な粉体に限定し、かつ、質量と体積で確定できる、かさ密度(見かけ密度)のみの確認を行い実験を行った。今後についてであるが、計量器メーカー単独で粉体物性の評価&解析を進めるのは荷が重く、可能であれば粉体の専門家の協力を仰ぎ、本研究内容の細部及び、被測定粉体の拡大を進めるべきと考えている。

参考文献

- *1 川田裕郎：『改訂粘度』計量管理協会編(1958)
- *1 深田栄一：『振動粘度計の試作』高分子学会誌 Vol.6[38]
- *1 深田栄一、他 2 名：『振動版粘度計の改良について』材料試験 第 8 巻第 67 号
- *1 JIS Z8803-2011『液体の粘度－測定方法』
- *1 粘度の JCSS：JCT20601 技術的要求事項適用指針(粘度)
- *2 出雲直人、菅野将弘、他 2 名(株エー・アンド・デイ)：『静粘度測定に関する『ずり速度(シアレート)』の検討』第 30 回センシングフォーラム(計測自動制御学会)、2013.8
- *3 出雲直人、小岩井敦志 (株エー・アンド・デイ)：『静粘度[sv]と振動式粘度計について』APMF2006(計測自動制御学会)、2006.10.2

New measurement and evaluation methods for viscosity resistance of powder.

Naoto IZUMO, Masahiro KANNO, Sachiko SHIMIZU A&D Company Limited

ABSTRACT

We propose a new method for measuring the viscosity resistance of the various the powder, with using a tuning-fork vibration rheometer. Also we report that it is possible to accurately measure those as viscosity values.

Keywords

viscosity of powder and viscosity resistance, tuning-fork vibration rheometer, shear stress, shear rate, static viscosity{=viscosity x density}