

<報文>トルク直接測定による外筒回転粘度計の試作

著者	白石 裕, 藤井 岳
雑誌名	東北大学選鑛製錬研究所彙報 = Bulletin of the Research Institute of Mineral Dressing and Metallurgy, Tohoku University
巻	47
号	1/2
ページ	66-75
発行年	1991-12-27
URL	http://hdl.handle.net/10097/33087

トルク直接測定による外筒回転粘度計の試作

白石 裕* 藤井 岳**

Characteristics of Prototype Rotating Viscometer with Direct Measurement of Torque.

By Yutaka SHIRAISHI and Takashi FUJII.

A prototype outer cylinder rotating viscometer with a direct measurement of torque exerting on the inner cylinder, was built and tested at room as well as at high temperatures. The following results are obtained:

- (1) Absolute value of torque exerted by viscous flow can be measured by means of a load cell or an electronic balance.
- (2) Measurement mechanism is quite simple and more stable than the other rotating viscometer for high temperature application.
- (3) There is a possibility of measuring the absolute value if the exact evaluation of torque including the end effect can be derived.
- (4) The viscometer is suitable for the measurement of the viscosity range from 10^0 to 10^3 dPas and at a temperature up to 1500°C .

(Received June 28, 1991)

Keywords: viscometer, viscosity, high temperature, molten slag.

1. 緒 言

金属製錬におけるスラグ、フラックスあるいはコークアッシュや都市塵芥の焼却灰、下水汚泥の熔融スラグ等の熔融時の粘度を測る必要がしばしば起る。それはこれら融体の粘度が操業上の制御因子として重要であり、粘度の温度、組成依存性を知ることの必要性から生ずるものである。また、粘度はそれ自身融体の構造と関連する重要な物性の1つであり、反応速度や結晶化にも係わる基本的物理量であるがため粘度の正確な測定は学問的にも実用的にも重要な意味をもっている。そのため熔融スラグあるいは熔融ガラスなどについて多くの測定がなされ、粘度値の集積もなされている^{1)~3)}。しかし測定上の面から見ると、測定対象として取り上げる融体が $1000\sim 1600^\circ\text{C}$ あるいはそれ以上の高温であるため、幾つかの問題点が生じてくる。すなわち、酸化物を主成分とする融体に対して化学的に安定な測定容器の選定、高温測定に適合する粘度計、加熱炉の製作、測定装置を検定するための標準物質、その他測定時の雰囲気、試料によって異なる条件の設定など厳しい制約を課せられることになる。このような事情により室温において賞用される毛細管粘度計はスラグ融体には適用し難く、通常は回転粘度計か球体引上げ粘度計が用いられている。測定可能な粘度範囲は回転粘度計で $10^0\sim 10^3$ dPas、球体引上げ粘度計で $10^1\sim 10^4$ dPas程度でありスラグ融体の粘度範囲 $10^{-1}\sim 10^3$ dPas とほぼ一致する。とくに回転粘度計は剪断速度を容易に変えて測定できるという特長があり市販の粘度計も多種類あってスラグ融体の粘度測定に利用さ

れている。

回転粘度計は容器 (crucible) と内筒 (bob) の間に試料液体を満し内筒または容器を回転させ、液体の粘性抵抗によって器壁に生ずるトルクを測定する方法で、容器を回転させる Couette 型、内筒を回転させる Searle 型に大別される。容器あるいは内筒に働くトルクのいずれを検出するか、またどのような方法でトルクを測定するかを組み合わせて幾つかの種類が可能である。市販の代表的粘度計の模式的機構を Fig. 1 に示した⁴⁾。(A) は Searle 型、(B) は Couette 型である。これらの粘度計のうち (e) のスターマー粘度計は一定のトルクを内筒に与え、その回転速度を測って粘度を求める方式で、そのほかは回転運動をモーター M で与えてトルクを測り粘度を求める方式である。トルクの測定にはいずれの粘度計もトーション・スプリングまたはトーション・ワイヤーなど振り弾性を利用していることが共通しており、トルクに比例する量を測定している。しかし、器壁に働くトルクを直接測定することができれば回転粘度計の計算式と比較することが可能となり、標準物質を必要としない粘度の絶対測定が実施できる可能性を生じる。本報告ではスプリングまたはトーション・ワイヤーを利用する代わりに電子天秤またはロードセルを用い、トルクの絶対値を直接測定する方法を Couette 型に適用して試作した粘度計について

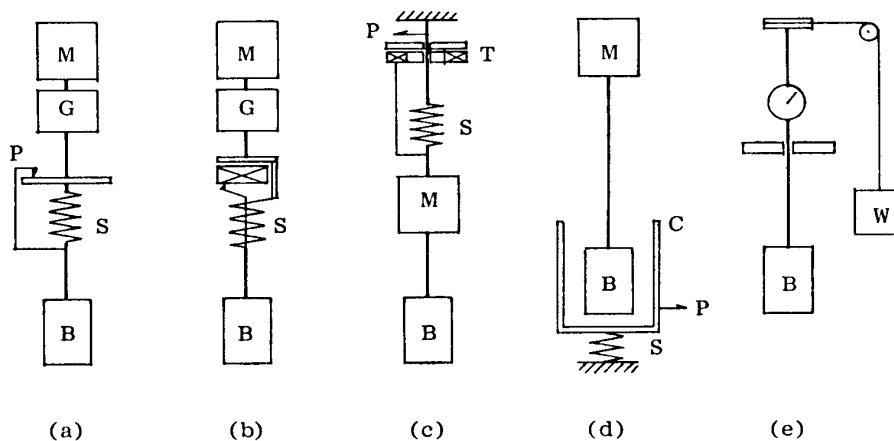


Fig.1A Schematic illustration of Searle type viscometers.

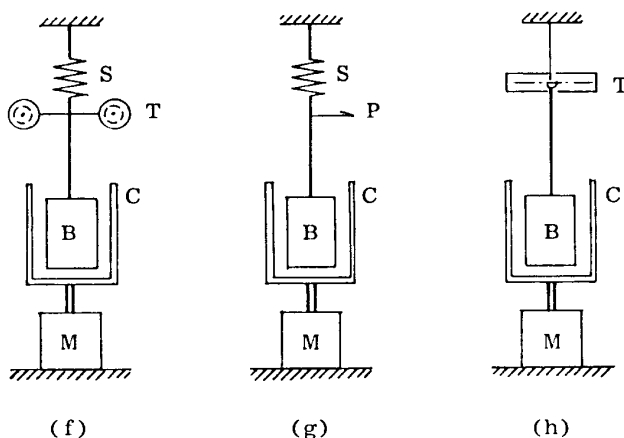


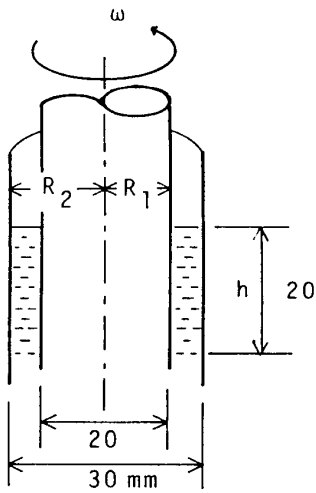
Fig.1B Schematic illustration of Couette type viscometers.

Fig. 1 Various types of rotating cylinder viscometer.

A) Searle type viscometers, B) Couette type viscometers.

M: motor, G: speed change mechanism, B: bob, P: pointer,

S: torsion spring, T: transducer, C: crucible, W: weight.



$$\eta = \frac{T}{4 \pi \omega h} \left(\frac{1}{R_1^2} - \frac{1}{R_2^2} \right)$$

ω : rad/s
 T : dyne.cm
 h : cm
 R_1, R_2 : cm
 η : dPas (= poise)
 For 10 rpm, 10 dPas
 $T = 0.46 \text{ gf.cm}$

Fig. 2 Principle of rotating viscometer.

$$T = 4 \pi \omega h \eta / (1/R_1^2 - 1/R_2^2) \tag{1}$$

(1) 式により, 測定の幾何的条件が既知であればトルクの測定によって粘度を求めることが出来る. もちろん現実には端面の補正が必要なことは当然である. しかし一般に Fig. 1(e) のストーマー粘度計を除きトルクを直接測定している粘度計はなく, トルクに比例する量を測定し, 幾何

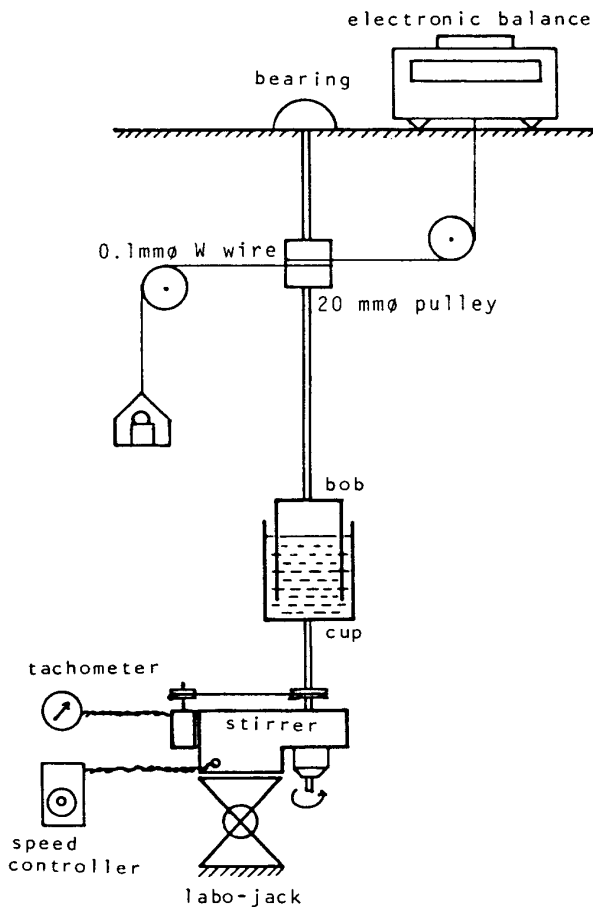


Fig. 3 Illustration of temporary viscometer assembly.

て述べる.

2. 予備実験

Fig. 2 に回転粘度計の原理図を示す. それぞれ半径 R_1, R_2 (cm) をもつ無限長の共軸円筒間に粘度 η (dPas) の液体を満たし, いずれかの円筒を角速度 ω (rad/s) で回転するとき, (i) 液体はニュートン流体で, (ii) 層流をなして流れ, (iii) 器壁における辻りがない場合, 内筒 (または容器) に生じるトルク T (dyne.cm) は次式で与えられる⁴⁾.

的条件をも含めて検量線を作り装置定数を定めている. 室温付近では粘度の標準試料が容易に入手でき, また毛細管粘度計などによる絶対測定もさして困難ではないが, 高温においては標準試料がなく, 通常室温において定めた装置定数を高温においてもそのまま, あるいは熱膨張の補正を施して採用している. 従ってトルクを直接測定出来れば (1) 式に適切な端面補正を施し, 高温での絶対測定を行える可能性が生じてくる. そこでまず現実にとどのくらいのトルクを発生するのか実際の測定条件に近い $R_1 = 20\text{mm}, R_2 = 30\text{mm}, h = 20\text{mm}$, 回転速度 10 rpm, 粘度 10 dPas として (1) 式により計算すると, トルク $T = 0.46 \text{ gf.cm}$ が得られた. この値は上皿電子天秤で容易に測定しうる値であり, 1cm のアームを用いたとして $10^0 \sim 10^3 \text{ dPas}$ を測定することはさして困難でない. アームの長さを変えればさらに測定範囲を広げることができる.

以上の見積りを基に現実には測定が可能であるかどうかを確かめるため Fig. 3 の装置を組み, 粘度標準液を用いて室温でのテストを行った. 容器の回転にはヤマト科学のラボス

ターラー LR-51 A (34~340 rpm) を用い、回転速度はゼロマックスのタコメーターを用いて測定した。内筒に働くトルクは内筒を懸垂するシャフトにプーリーを取り付け、図のようにプーリーに1重に巻いた0.1mmφ W線の一部を滑車を介して上皿電子天秤（長計量, PD₂-2400 W ; 240~0.01 g, 2400~0.1 g, 2レンジ）に結び、他端にはW線に張力を与えるため滑車を介してカウンターウェイトを掛けた。なお内筒懸垂軸の支持はベアリングによっている。容器および内筒の寸法は得られた結果と共に Fig. 4 に示した。ここで、試料として用いた液体は昭和石油製粘度標準液で、JS 1000 は室温で約1000 cst, JS 2000 は約2000 cst の動粘度を持つもので、ここではこれらを検定済みのウペローデ粘度計により粘度と温度の関係を求め、室温よりそれらの粘度を定めた。この予備実験の結果は Fig. 4 から解るようにトルクと回転速度の間に良い直線性を示している。図中に示した期待値は(1)式による計算値で実測値の約85%である。この場合、内筒の内面の寄与は無視しており、予備実験としては計算値とのオーダーの一致で満足した。ここで使用したトルク伝達のための細線は0.1mmのW線であるが、かなり硬くかつ巻き癖があった。そのため回転数を増減するときヒステリシスを描く傾向があり、滑車、プーリーと細線との間の摩擦などもトルクの測定に関係してくる。

3. 粘度計の試作

以上の予備実験結果に基づいて高温用外筒回転粘度計の設計・試作を行った。設計目標を測定温度1600℃以上、測定粘度範囲 $10^0 \sim 10^3$ dPas、雰囲気はガス流動方式による中性ないし還元性、データの自動取り込みとした。主たる測定対象はコークスベッドで熔融する下水汚泥スラグであるため、Fig. 5 の寸法をもつ黒鉛製測定容器と内筒を用い、窒素雰囲気中で測定することとした。粘度計は(株)オプト企業に製作を依頼した。粘度計の概略を Fig. 6 に示す。加熱炉はスーパーカンタル発熱体を8本使用し、常用1700℃を確保し、±5℃の均熱帯を1550℃で約80mm 得ている。測定容器および内筒の支持には高アルミナ質(SSA-S)保護管を加工し、測定容器は摺り合わせ、内筒は嵌合・ピン止めでそれぞれ結合した。両者の軸合せは、測定容器支持管とモーター軸の接合継ぎ手の押しねじの調整と内筒支持機構のX-Y方向のスライドによって行う。内筒の測定容器内浸没深さは独立した2個のモーターによって駆動される測定容器と炉を移動し、一定位置を占めている内筒にたいして高さを調節した。トルクの検出のため内筒支持棒に20mmφのプーリーを取り付け、0.1mmインコネル線を1巻きし、一端はロードセルに、他端には滑車を介してカウンターウェイトを掛けた。ロードセルにはエー・アンド・ディ社製 LC 4101-G 600 (600 g 最大秤量, 1/4000分解能) を秤量200 g, 分解能0.05 g で使用し、カウンターウェイトは

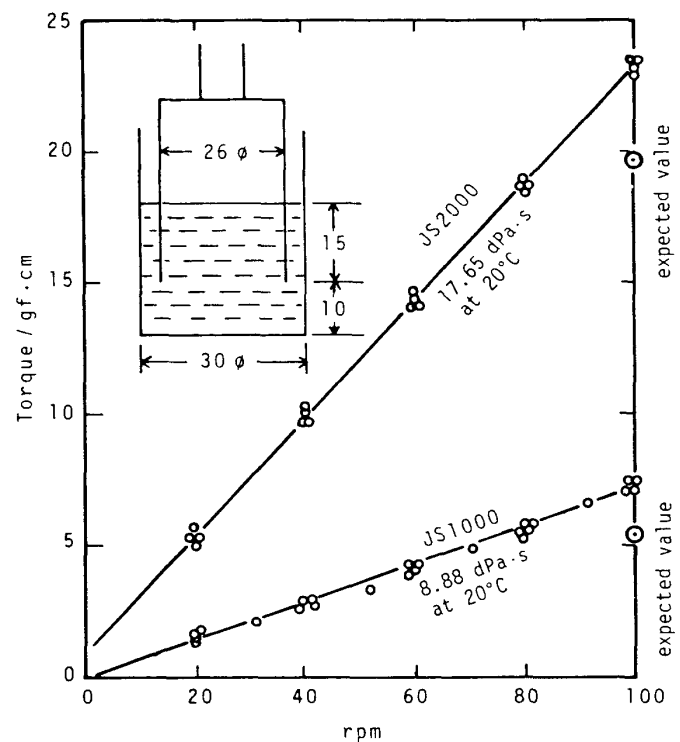


Fig. 4 Results of preliminary test of viscometer assembly.

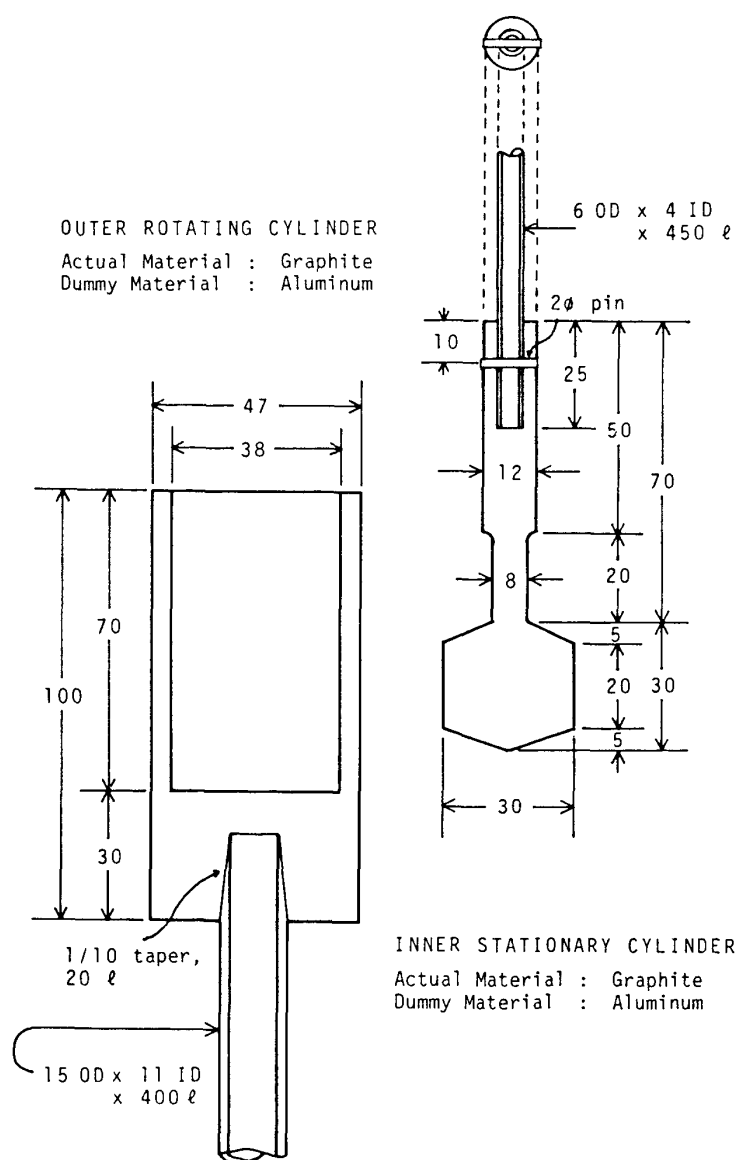


Fig. 5 Dimension of outer cylinder and bob.

0~40 gを掛けた. このようにして内筒に働くトルクがロードセルの指度により直接測定されることになる. 測温のため熔融試料下部と上部に相当する高さで測定容器側面から約5.5mm離れた位置にB型熱電対を6 mmφの保護管に入れて設置した. 測定容器の回転はオリエンタルのモーター KBL 5100にギアヘッド 2 GD 30 K を付けて行った. 回転速度はモーターへの供給電圧を制御して調節し, またその電圧をデータロガーでモニターして回転速度を求めた. 炉温の制御は CHINO 製 KP 1130 B 型調節器に反応管外壁に接触させた B 型熱電対の起電圧を入力して行った. データ処理のブロックダイアグラムは Fig. 7 に示す通りである. 測定データとしてデータロガー (エー・アンド・ディ社製 AD 5312, AD 13114 CH) に取り込むものはロードセル出力, モーター駆動電圧, 熱電対出力 (試料の上, 下位置) の4つである. 測定温度のパターンは炉温のプログラム設定器により独

立に制御した. 試料温度で制御する方が良いが, 反応管内部にある熱電対で反応管外部にあるヒーターを制御するのは, 熱慣性が大きく安定した制御が困難であった. そこで本報告ではやむを得ず反応管外壁の温度で炉温を制御し, 予め炉温と試料温度との相関を調べて必要な試料温度のパターンとなるように炉温の制御パターンを設定した.

測定の手順には所定温度に到達後所定温度間隔で測定するパターン, あるいは一定時間間隔でデータをサンプリングしその時の粘度, 温度を求めるパターンなど色々な測定パターンが考えられるが, ここでは試料のヒートパターンが外部のコントローラーで定められることから一定時間間隔 (2 min) で温度, トルク, 回転速度を測定する方法を採用した.

測定の手順は次の通りである. 予め別の炉で測定容器に被測定試料を所定量溶かしておき, 粘度計にセットする. 測定容器の回転の偏芯が最小となるように測定容器支持管とモーター軸の結合継ぎ手の調整をする. ダイヤルゲージによる測定では偏芯を±0.1mm以内に調整することはそれほど困難ではなかった. 内筒の位置合わせは測定容器を回転させながら X-Y 調整機構を用いて2方向からの目視で行うが, 測定容器と内筒の間隔が4mmと比較的狭いため軸合わせの判断は

それほど困難でない。測定容器と内筒の位置間隔を確認してから炉を下げて測定容器を炉内所定位置に置き温度をプログラムに従って上げ、熔融してから炉と測定容器を同時に動かして内筒に所定の浸没を与える。その後適当な大きさのトルクを得るように測定容器の回転速度を調整し、一定時間間隔で測定を繰り返す。通常測定は昇温→降温の順で行った。測定終了時には炉と測定容器を引き下げて内筒を融体から引き上げその後温度を下げて試料を凝固させた。

4. 試作粘度計の特性および考察

4. 1 室温における測定結果はじめにプーリーに巻き付ける細線に張力を与えるカウンターウエイトの重量とトルク検出感度の関係を調べた。Fig. 8に2種類の粘度値においてカウンターウエイト重量を0g（分銅皿重量3.4gがデッドウエイトとして掛かっている）、10g、20gとしたときの測定容器回転数とトルクの関係を示した。カウンターウエイトを掛けないときには○印で示したように回転数を上げて、下げるとヒステリシスを生じ原点に戻らなくなる。しかし10g以上の重量を掛けて細線に張力を与えれば回転数とトルクの間ヒステリシスのない原点を通る直線が得られる。この結果から、以後の測定では20gのカウンターウエイトを用いた。Fig. 9は3種類の粘度標準液、JS 500、JS 1000、JS 2000を用い回転速度50 rpmと一定にした時のトルクと粘度の関係を図示したもので、いわ

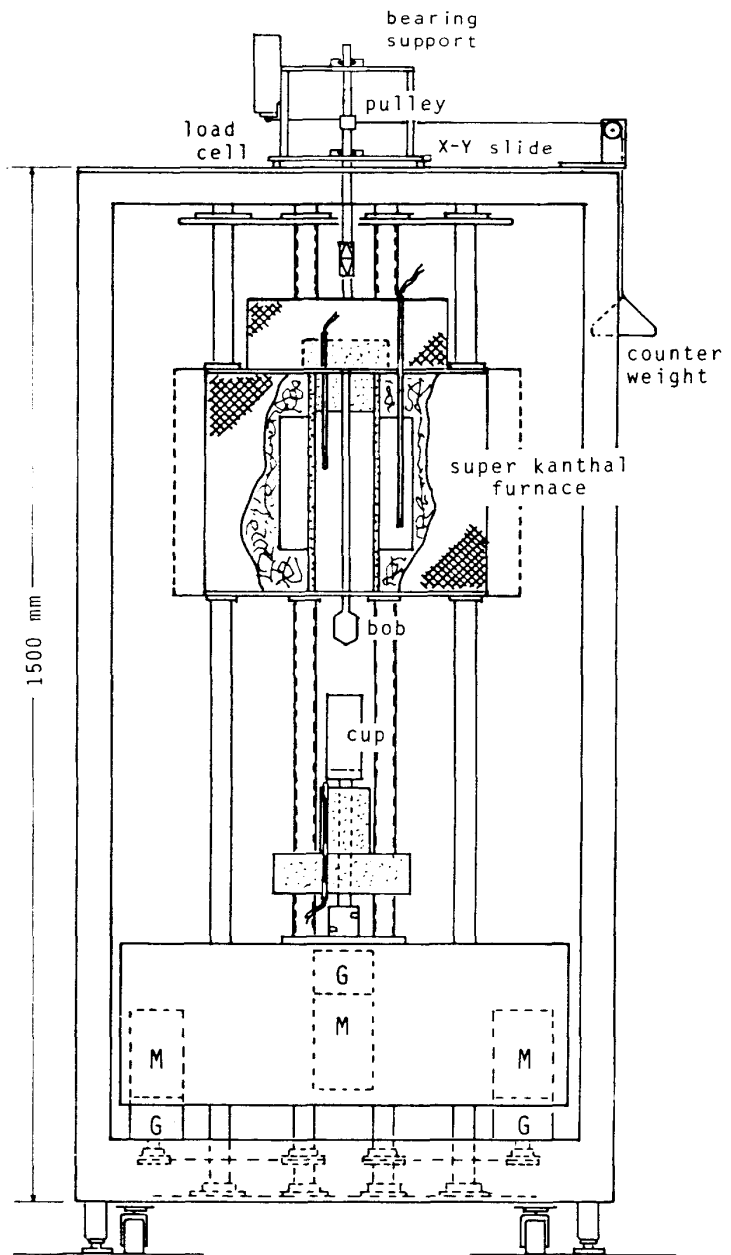


Fig. 6 Schematic view of viscometer built as prototype.

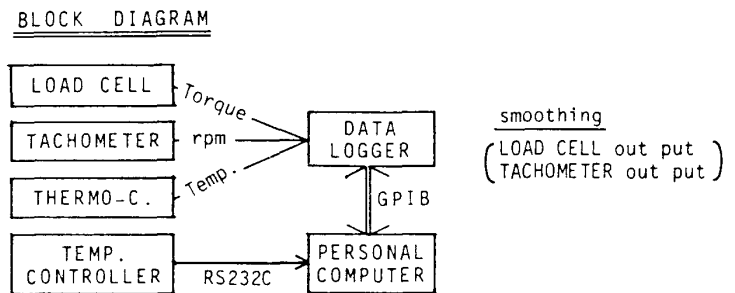


Fig. 7 Block diagram of data pickup.

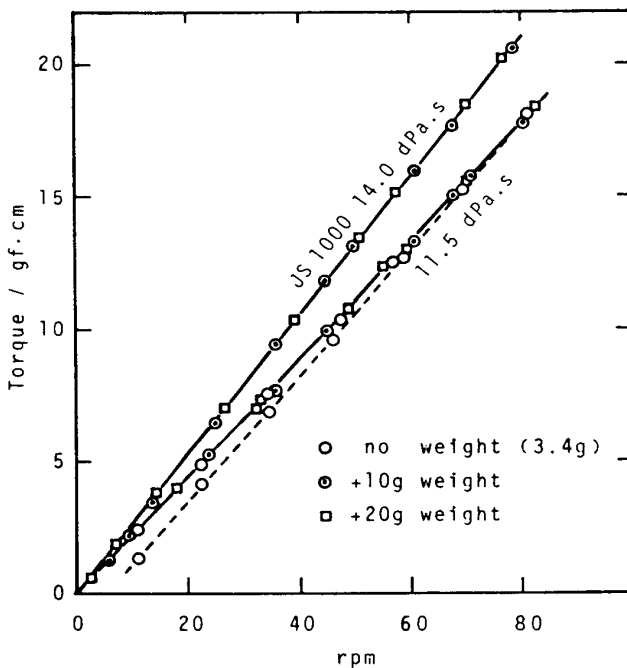


Fig. 8 Effect of tension of wire connecting pulley and load cell on torque measurement.

ゆる検量線に相当するが、良好な比例関係を示している。また単位回転数当たりのトルク G (gf·cm/rpm) と粘度の関係も併記した。 G 値と粘度の関係が良い直線を与えることから装置定数 (単位粘度を与える G 値の逆数) はニュートン流体に対しては一定であることが保証される。

G 値の計算値 G_{calc} を併記したが、これは内筒を首、肩、胴、底の4つの部分に分け、首と胴には(1)式をそのまま、肩と底はステップ状の n 個の円柱の積層としてそれぞれの垂直ステップに(1)式を適用して水平方向の速度勾配によるトルクを見積もり、さらに、肩と底については n 個のステップ状同心円筒の積層として試料の自由表面および容器底面の垂直方向の速度勾配の影響を次式により計算した。

$$T' = \sum_n 2\pi r \cdot \Delta r \cdot r \cdot \omega \cdot r \cdot \eta / (\Delta h + d_0) \quad (2)$$

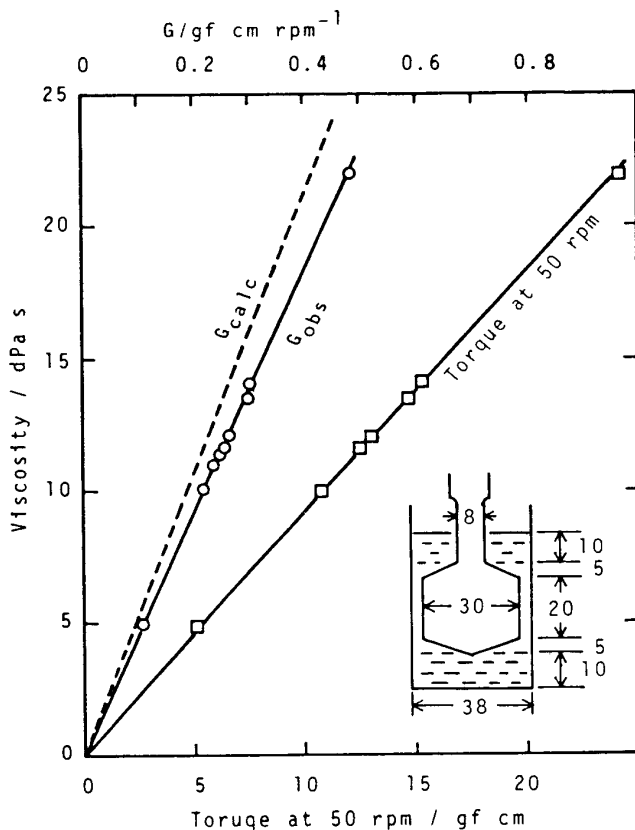


Fig. 9 Calibration curve of viscometer using cylinders whose dimension is specified in figure.

ここで Δr , Δh は n 個に分割したステップ状同心円柱の幅、および高さである。また d_0 は内筒先端より容器底面までの距離である。なお、液体表面の内筒の肩に及ぼす影響は(2)式の d_0 の代わりに首部分の長さで置き換え、さらに得られたトルクを1/2とした。これは自由表面の流速が容器底面のそれよりは遅いがゼロではないことから任意に与えた値である。

このようにして求めた G_{calc} 値は Fig. 9 に示したように標準液を用いた実測値より約15%大きく、 G 値の逆数を装置定数として用いた場合粘度を低めに評価することになる。一致しない原因は恐らく計算において水平方向の速度勾配と垂直方向の速度勾配が独立であるとした仮定により測定容器の底面隅において発生するであろう垂直方向の流れの影響を無視しているための差、および測定容器の回転の偏芯の影響による実測値 G_{obs} の大きめの評価の両者が相加的に作用しているためと思われる。

4.2 高温における測定結果

Fig. 10にNational Physical Laboratoryで配布した粘度の共通試料, Standard Reference Materials, を測定した結果を示す. 図中の鎖線はSRMをEC内の幾つかの研究所で測定しその結果より定めた粘度範囲を示す⁵⁾. 3回の独立した本測定の結果は1200~1350°Cにおいて際立った再現性を示しているが, 1400°C以上の温度領域では $\log \eta$ と $1/T$ の関係が直線より外れ, またばらつきも大きい. この原因は明確でないが試料と黒鉛製の測定容器や内筒との反応が

原因の1つとして考えられる. これは酸化物融体を黒鉛るつぼで溶かすときに不可避の問題であり, 黒鉛製容器を用いる限り炭素による還元反応の開始温度によって測定温度の上限が規制されるのは止むを得ない. 1400°C以上での測定値のばらつきを許容すれば, 本測定結果はやや温度依存性が大きいものの他の測定結果と良く一致している. なおここでの結果は室温で求めた実測の装置定数をそのまま用いている. 温度を上げることで測定容器および内筒が熱膨張し, 当然装置定数は異なってくる. 装置定数の計算において一番大きな寄与は胴の部分から生じ, 約80%を占めた. そこでこの部分について熱膨張の影響を考えてみよう.

$\omega \eta = K \cdot T$ で定義される装置定数 K は(1)式より

$$K = \frac{(1/R_1^2 - 1/R_2^2)}{4\pi h \times 0.1047} \quad (3)$$

となる. ここで定数0.1047は回転角速度rad/sからmin当たりの回転速度rpmへの換算係数である. 測定容器および内筒の熱膨張を考えると線膨張率を α として温度 T における装置定数 K_T は

$$\begin{aligned} K_T &= \frac{(R_1^2 - R_2^2) (1 + \alpha T)^2}{0.1047 \times 4\pi h (1 + \alpha T) R_1^2 R_2^2 (1 + \alpha T)^4} \\ &= K / (1 + \alpha T)^3 \end{aligned} \quad (4)$$

となり室温におけるものより小さくなる. 黒鉛では1400°Cで $\alpha \approx 0.5\%$ であるから装置定数は1.5%程度小さくなるものと予想される.

そのほか温度測定に関する誤差, 測定容器内の自然対流の影響などが考えられる. この測定は

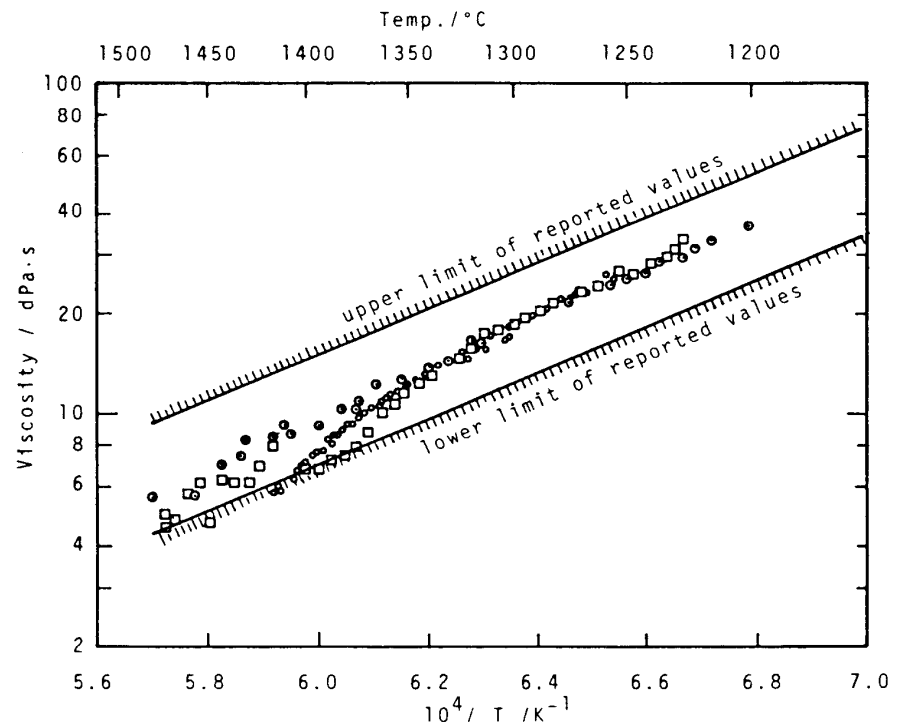


Fig. 10 Measured viscosity of standard reference material supplied by National Physical Laboratory, U.K.

4 °C/minの昇温過程で連続的に測定しているので、測温位置と測定容器内とでは温度変化の時間的ずれを生じている。このずれは昇温過程から定温保持への過渡時において粘度変化の追従時間を見ることによりある程度の推定ができる。何回かのテストによりここで用いた条件下でのこの追従時間は2~3minであった。これはFig. 10の温度軸を昇温過程で-8~-10°C, 降温過程で+6~+8°C補正することに相当する。しかし現実には偏芯の影響、回転速度を変えたときの測定値測定値の揺らぎ幅の変化*)などに比較するとほぼそれらの誤差にマスクされて余り補正の意味が無くなる。そこで、ここでは便宜的にこの補正を省略している。自然対流の影響は容器を絶えず回転していることから比較的少ないものと考えられる。

4. 3 試作粘度計の特長と改良の可能性

本粘度計の最大の特長はトルク検出機構の簡単さとトルク値そのものが測定できる点にある。後者は粘度の絶対測定の可能性を示し、前者は試作粘度計のさらなる改良の可能性を示している。ここでは、改良の可能性について述べ参考に供する。

- (1) 温度測定：通常回転粘度計におけるのと同様に現在の本粘度計では温度測定を測定容器の近傍に設置した熱電対によっている。このような測定では当然融体の温度と測定温度の間に若干の差を生ずることになる。従って理想的には融体に熱電対を浸没してその温度を測定することが望ましい。本粘度計では内筒が動かないため内筒に熱電対を挿入する穴を明けることにより上部から熱電対を挿入して融体の温度を直接測定することが可能である。
- (2) 測定粘度範囲：ロードセルまたは電子天秤の測定範囲は普通4桁の範囲に及んでいる。またトルク測定のためのプーリーを径の異なるものに交換することは比較的容易であるから、本粘度計の測定範囲を拡大あるいは変更することはスプリングあるいはトーショナルワイアーを交換しなければならない他の粘度計よりも容易である。もちろん内筒の径を変更して測定粘度範囲を変え得ることは他の回転粘度計と同様である。なお融体の温度を降下して測定するときしばしば試料を凝固させてしまうことがあるが、このようなとき本粘度計の測定機構ではプーリーとトルクワイアーの間で滑りが起こり、トルク検出器に過剰な力を伝達しない。これはトルク検出器の安全装置として働く。

5. ま と め

$10^0 \sim 10^3$ dPasの粘度範囲、 ~ 1500 °Cまでの測定温度範囲をもち過剰トルクに対して安全な粘度計としてトルク直接測定による外筒回転型粘度計を試作した。

本粘度計は従来の回転粘度計よりも機構的に簡単であり、トルクの絶対値が容易に測定できる。これにより標準試料を必要としない粘度の絶対測定が行える可能性がある。また市販の粘度計よりも測定機構が簡単であり実験室的に使い易いことが判明した。

本研究を遂行するにあたり全面的な援助を戴いた大阪ガス(株)開発研究所に感謝します。また粘度計の製作を担当し、技術的協力と幾つかの有益なアイデアを提供して頂いた(株)オプト企業、山城道康氏に感謝します。

*) 本測定では一定の時間でデータ取り込みのスージングを行っているので回転速度(6~60rpm)によって揺らぎ幅が異なってくる。

文 献

- 1) Mazurin, O.V. ; Streltsina, M. V. ; Shvaikoshvaikovskaya, T.P. (ed.) : *handbook of glass data*, Part A, (1983), Part B, (1985), Part C, (1987), Elsevier.
- 2) Mills, K.C. ; Keene, B.J. : *International Mater. Rev.*, **2** (1987), 1.
- 3) Kawai, Y. ; Shiraishi, Y.(ed.) : *Handbook of Physico-chemical Properties at High Temperatures*, (1988), The Iron and Steel Institute of Japan.
- 4) Kawasaki, T : *New Food Ind.*, **22** (1980), No.4~6.
- 5) Mills, K.C. : *NPL Report DMM (A) 29*, August 1991, pp.51.