

# レオメーターによる粘度測定及び解析

宮川しのぶ\*

## 1. はじめに

レオロジーとは物質の変形や流動性を取扱う研究分野である(1)。ペンキなどの塗料改良分野では基本的なレオロジー特性を評価することが多い。また、レオロジー特性を応用している分野が高分子の成形加工分野である。このようなレオロジー特性を評価するためによく測定されるのは、定常せん断粘度、動的粘弾性、クリープ等である。これらの測定は粘度計を用いて行う。粘度計には様々な種類があるが、測定原理で分けると細管式・落球式・回転式などが挙げられる。細管式粘度計は流体が細管内を流れる時間などを測定し粘度を求めるため、低粘度のニュートン流体の測定に用いられる。落球式粘度計は鉄球が液体中を落下する速度から粘度を求める。そのため低粘度から高粘度までニュートン流体の高精度測定が可能である。回転式粘度計は二重円筒、B型、E型など様々な種類があり、ニュートン流体から非ニュートン流体まで測定できることから、一般的に使用されている粘度計である(2)。中でも回転式粘度計の回転数を自在にコントロールできる装置は総称してレオメーターと呼ばれている。

昨年度、レオロジー特性評価が可能なレオメーターが導入された。そこで、身近な試料を用いてレオメーターの測定操作から解析までを行ったので報告する。

## 2. レオロジー実験

### 2-1 レオメーターについて

レオメーターは当大学大学院工学研究科繊維先端工学専攻に設置されているMCR302レオメーター(Anton Paar社製)を使用した(図1)。このMCR302レオメーターでは回転モード及び振動モードのあらゆるタイプまたは組み合わせの粘弾性測定が可能である。装置のコントロールは附属パソコンの専用ソフト(Rheoplus)から行った。

装置の温調システムはオープンとペルチェの2種類ある。オープンでの測定可能温度は $-130^{\circ}\text{C}$ ~ $450^{\circ}\text{C}$ であり、高温での測定が可能となる。そのため、高分子材料の熔融粘度測定などに使用される。特にオープンでは、高分子材料の伸長粘度が、特殊な治具を使用することで測定できる。伸長粘度は高分子が熔融している必要がある。そのため、熔融状態を確認するため、CCDカメラが装着されている。ペルチェフード使用の測定可能温度は $-40^{\circ}\text{C}$ ~ $200^{\circ}\text{C}$ であり、シリコンオイルなどの粘性体の測定やゲル状素材の測定に使用される。オープンと比較して温調が短時間であることから、利用しやすいシステムである。

治具は平行プレート及びコーンプレートがある。サイズは平行プレートで $8 \cdot 25 \cdot 50\text{mm}$ 、コーンプレートで $25 \cdot 50\text{mm}$ がある。使用対象としては、高粘性のものは平行プレート、低粘性のものコーンプレートを使用することが多い。さらに高分子の熔融体を測定する場合、接着性が高いことがあるため、ディスク型の治具もある。



図1 MCR302レオメーター (Anton Paar社製)

\* 第2技術室 物理計測班

## 2-2 測定

まず、今回使用した MCR302 レオメーターはトルク制御モーターが2つのエアベアリングで支えられていることから、装置を立ち上げる前に、エアーを供給するコンプレッサーを起動しなければならない。エアーの供給後、装置本体、サーキュレータ、PCの電源を入れる。装置本体の液晶パネルで Status を確認し、PCで装置の初期化を行う。ヘッドカバーを外し、測定治具を接続すると自動認識されるので、ゼロギャップ、キャリブレーションを行った。温度設定を行い、ペルチェ部分にサンプルを適量のせ、プレート測定位置まで下ろし、上下からサンプルを挟み込み測定準備完了となる。この時、挟み込んだサンプルが過剰だった場合、余分なサンプルを取り除くことが必要となる。その後、PC 付属のソフトから測定条件を設定し測定を行う。

本研修ではレオメーターの基本操作から解析を習得するために、身近なサンプルを使用して測定した。測定サンプル及び測定条件について下記に示す。

サンプル：ケチャップ（チューブ）、ケチャップ（ディップ）、マヨネーズ（チューブ）、シリコンオイル（10,000CS）

測定モード①：せん断速度依存性

温度；25℃

せん断速度；0.01～1000 (1 / s)

測定モード②：周波数分散

温度；25℃

角周波数；0.1～100 (rad / s)

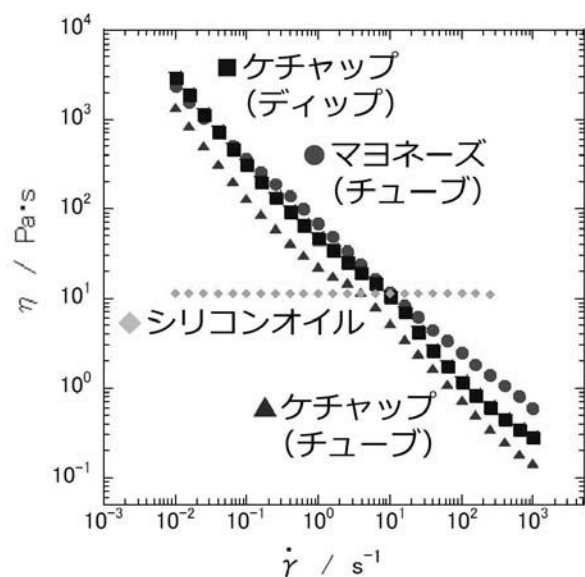


図2 ひずみ速度依存性

## 2-3 データ解析

最初にケチャップ(チューブ),ケチャップ(ディップ),及びマヨネーズのひずみ速度依存性を測定した。測定は 0.01 (1/s) から開始し 1000 (1/s) まで行った。得られた粘度とひずみ速度の関係を図2に示す。比較のためにニュートン流体である 10,000CS のシリコンオイルも合わせて示す。ニュートン流体であるシリコンオイルの粘度がひずみ速度に対して一定であるのに対し、ケチャップ(チューブ),ケチャップ(ディップ)及びマヨネーズのいずれもひずみ速度が遅いとき高粘度であり、ひずみ速度が速いとき低粘度であることから非ニュートン流体であることがわかる。しかしながら、ケチャップのチューブとディップに大きな違いは見られなかった。

実際の状態で比較するために2種類の検証を行った。まず、ひずみ速度が遅い状態(例：重力による液ダレ)として、ガラス板上に同量のシリコンオイルとケチャップをのせ、45°に傾けたときの様子を30秒間隔で撮影した写真である(図3)。シリコンオイルは30秒後には垂

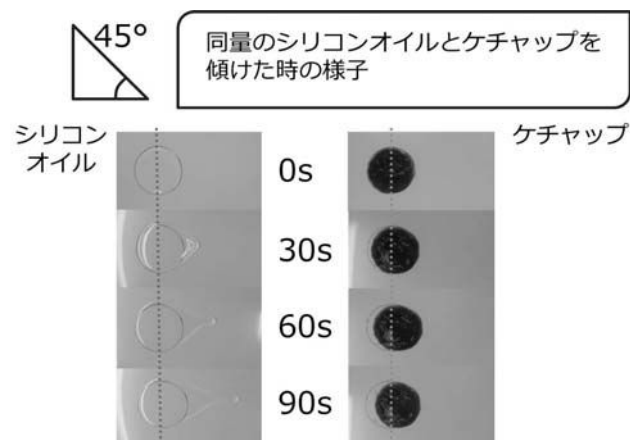


図3 重力による液ダレ

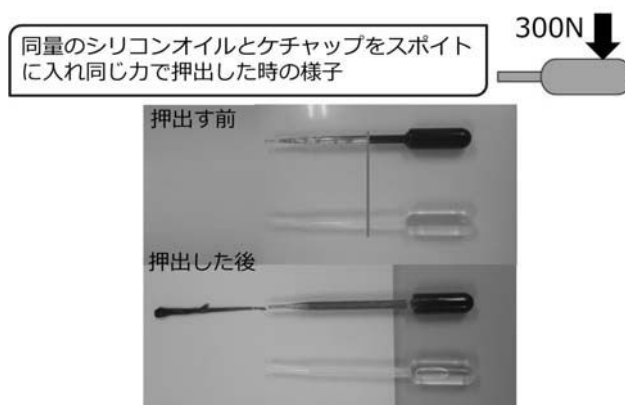


図4 スポイトからの押し出し

れ始めているのに対し、ケチャップはタレにくく、90秒後でも全体がわずかに垂れただけであった。次に、ひずみ速度が速い状態（例：混合・攪拌・押し出し）として、スポイトに同量のシリコンオイルとケチャップを入れ、同じ力で押したときの様子である。このときシリコンオイルはほとんどスポイトから出ないのに対し、ケチャップはたくさん出るといった現象が起こった（図4）。つまり、実際の状態と測定結果が一致していることが分かる。

ここで、ケチャップのチューブとディップに違いがないかを別の方法で解析するために、同じデータを使用し、ひずみ速度に対して応力をプロットした。図5に示すように、ニュートン

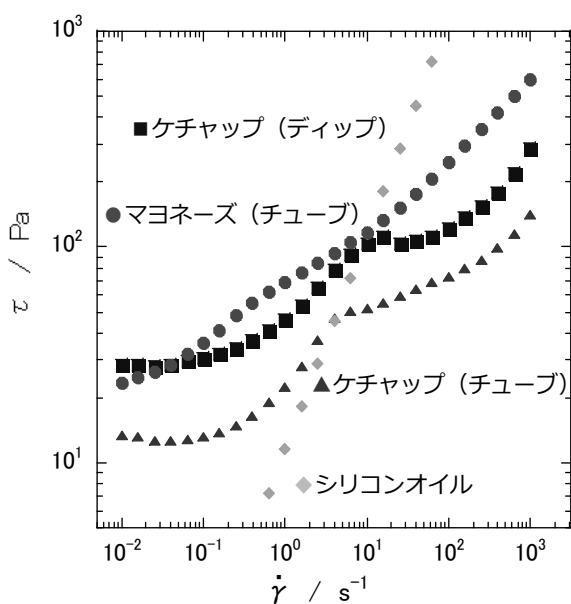


図5 応力-ひずみ曲線

流体であるシリコンオイルはひずみ速度が速くなるに従って応力が大きくなっている。また、マヨネーズもニュートン流体に近い挙動を示した。一方、ケチャップは応力がある一定の値（臨界応力）を超えたところから流れに変化が見られたことから、応力によって粘度を制御していると考えられる。以上のデータ解析より、ケチャップはチキソトロピー性を示していると考えられる。これは内部構造がひずみによって壊れたことを示唆している。そこで、変化の過程をモデル図にした。

ケチャップの中では、図6に示すように、ケチャップの成分であるペクチンは糖と水素結合して構造形成していると考えられる。応力が臨界応力より小さいとき、粘度は大きくなることからもとの内部構造に変化がないと考えら

れる。しかし、応力が臨界応力より大きくなったとき、粘度は小さくなることから、応力によってペクチンと糖の水素結合が切れ、構造が変化していると考えられる。

さらにケチャップとシリコンオイルの構造変化について解析するために、動的粘弾性測定を行った。角周波数は0.1 (rad/s) から100 (rad/s)まで変化させて測定した。得られた動的粘弾性を図7に示す。角周波数に対して貯蔵弾性率  $G'$  と損失弾性率  $G''$  をプロットしたところ、シリコンオイルは全ての角周波数で損失弾性率  $G''$  が貯蔵弾性率  $G'$  より大きくなり、貯蔵弾性率  $G'$  の傾きが2、損失弾性率  $G''$  の傾きが1となったことから、ニュートン流体であることが示唆さ

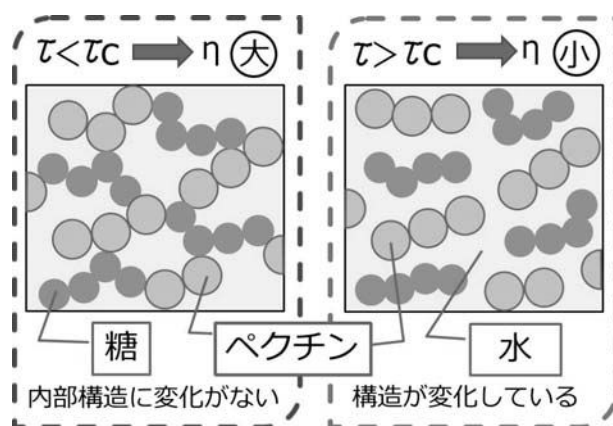


図6 モデル図

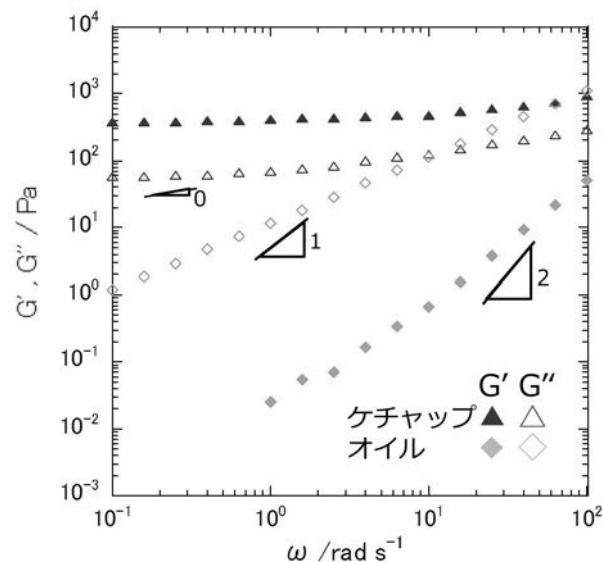


図7 動的粘弾性

れる。一方、ケチャップはシリコンオイルとは違い、全ての角周波数で貯蔵弾性率  $G'$  が損失弾性率  $G''$  より大きくなり、貯蔵弾性率  $G'$  及び損失弾性率  $G''$  の傾きがほぼ0となったことから、

何らかの構造が形成された擬塑性流体であることが示唆される。

### 3. 装置の保守管理

レオメーターの保守管理としては温調システムのオープン及びペルチェの取替え作業がある。オープン取り付け時のレオメーターを図 8 に示す。それぞれのシステムではエアと冷却水の流れが異なる。エアの接続は接続場所が明確にわかれているが、冷却水はホースの組み替えによって流れを変えるため接続に注意が必要となる。次に窒素ガス雰囲気下での実験のための配管がある。この作業についてはメーカーから直接指導を受け、作業を習得した。この保守管理作業についてはマニュアル作成も併せて行った。



図 8 オープン取り付け時レオメーター

### 4. まとめ

本研修では、レオメーターによる粘度測定として、食品を試料として用いて、測定を行った。レオメーター装置を実際に使用することで機器操作、分析技術、解析技術及び装置に関する知識を習得することができた。また、解析に必要なレオロジーに関する知識も習得できた。

今回の測定結果から解析すると、ケチャップはひずみ速度によって粘度が変わる非ニュートン流体であり、応力ひずみ曲線から、応力により制御されていることがわかる。つまり、チキソトロピー性が示唆される。また、構造形成していることが動的粘弾性測定でも確認できた。

装置の保守管理については、温調システムの

付け替え作業が複雑であることから、作業マニュアルの作成を行った。

### 5. 謝辞

この報告は日常研修で行ったものであり、費用は日常研修費をあてました。費用措置をしていただきました関係各位に厚くお礼申し上げます。また、レオメーター装置の使用では材料開発工学専攻 植松英之講師にご指導、及びご助言を頂きました。感謝申し上げます。

### 6. 参考文献

- (1) 尾崎 邦宏, レオロジーの世界, 工業調査会, 2004
- (2) 上田 隆宣, 測定から読み解くレオロジーの基礎知識, 日刊工業新聞社, 2012