

# 回転粘度計による粘性測定の実際



(2018年1月改訂)

## 目 次

## 回転粘度計による粘性測定の実際

1. はしがき	1
2. 流動の特性値	3
2. 1 ずり応力	3
2. 2 ずり速度	4
2. 3 粘度	4
2. 4 降伏値	4
3. 特性値の次元と単位	4
4. 流動曲線の型式	5
4. 1 ニュートン性流体	6
4. 2 非ニュートン性流体	6
4. 2. 1 擬塑性	6
4. 2. 2 ダイラタント	7
4. 2. 3 ビンガム塑性	7
4. 2. 4 非ビンガム塑性	7
4. 2. 5 チクソトロピー	8
4. 2. 6 レオペキシー	9
5. 回転粘度計	9
5. 1 回転粘度計の種類と対応JIS規格	9
5. 2 粘性測定を行うときの条件	12
5. 3 単一円筒形回転粘度計	12
5. 3. 1 ずり応力	13
5. 3. 2 ずり速度	14
5. 3. 3 粘度と粘度計の校正	15
5. 3. 4 ずり速度の近似値	16
5. 4 ロータの端面効果	16
5. 5 カップ内径と換算乗数	18
5. 6 少量サンプルアダプタ	19
5. 7 T-バーステージ	19
6. 円すい-平板形回転粘度計	20
6. 1 コーン・プレート形粘度計の特長	22
6. 2 オプション機能	22
6. 2. 1 ソルベントトラップ装置	22
6. 2. 2 SPPロータ	23
6. 2. 3 高粘度対応のコーンロータ	23

7. 層流と乱流 .....	23
8. 実際作業のずり速度 .....	25
8. 1 実際作業に対応した粘度測定 .....	25
8. 2 T I 値 .....	27
9. 降伏値の測定 .....	27
9. 1 降伏値 .....	27
9. 2 降伏値をもつ液体の流動挙動 .....	27
9. 3 降伏値の測定 .....	28
9. 3. 1 直接測定法 .....	29
9. 3. 2 流動曲線による方法 .....	29
9. 3. 3 キャッソン(Casson)式による方法 .....	29
9. 3. 4 ばね緩和測定による方法 .....	30
9. 3. 5 たれ性(垂れ性)と流動挙動について .....	30
10. チクソトロピーの測定 .....	32
10. 1 応力緩和法 .....	32
10. 1. 1 時間依存測定 .....	32
10. 1. 2 有段変速による時間依存測定 .....	33
10. 2 ヒステリシスループ面積法 .....	34
10. 2. 1 連続変速式回転粘度計による方法 .....	34
10. 2. 2 有段変速式回転粘度計による方法 .....	34
11. 粘度と温度の関係 .....	36
12. ワイゼンベルグ効果 .....	38
13. ISO 14678 <sup>-2005</sup> による流動抵抗性(垂れ)測定と粘度 .....	39
13. 1 カートリッジの押出圧力差によるたれ性の影響 .....	40
13. 2 自公転型スパーミキサーの攪拌時間差によるたれ性の影響 .....	41
13. 3 プラグフォーマー法の適用範囲について .....	43
13. 4 プラグフォーマー試験でのたれ測定の限界について .....	46
引用文献 .....	47

## 1. はしがき

アイザックニュートン (Isaac S. Newton) は1687年に万有引力の発表で有名な著書”プリンシピア”に物質の粘性について、次のような仮説を提起している<sup>1)</sup>：“液体各部のなめらかさの不足から起こる抵抗は、他の条件が同じであれば、液体各部が互いに引き離される速度に比例する。”この仮説を式で表すために、図1に示すずり流動 (shearing flow) を考える。

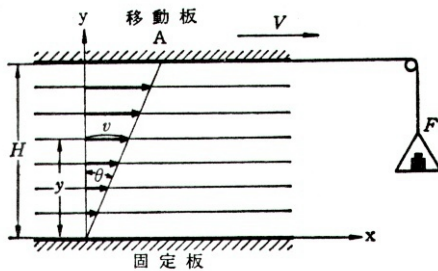


図1 ずり流動<sup>2)</sup>

同図において距離Hの二つの平行平板の間に粘性液体が満たされ、面積Aの上の平板が力Fを受け固定板に対して速度Vで移動しているとする。また、

次の条件：

- (1) 液体のずり流動は層流である。
- (2) 両平面の各表面とこれに接している液体との間には滑りがない。

が満たされているものとする、移動板に接している液体は速度Vで移動し、固定板に接している液体は速度零である。中間の液体は”液体各部のなめらかさの不足から起こる抵抗”すなわち内部摩擦のために固定板に近づくほど速度が減少する。固定板よりyの距離にある液体の速度をvとするとy軸方向の速度の変化の割合 (液体内の流動に直角方向の層流速度の変化割合)、すなわち速度勾配 (velocity gradient) Dは

$$D = \frac{dv}{dy} \quad (1)$$

で表される。Dはずり変形 (shear) によって生ずる速度勾配であるから、一般にずり速度 (shear rate) と呼ばれる (せん断速度ともいう)。Hが非常に小さいときには

$$D = \frac{V-0}{H} = \frac{V}{H} \quad (\text{s}^{-1}) \quad (2)$$

とすることができる。

一方、液体のずり変形を起こさせる力はFであるが、単位面積当りの力、すなわち応力は

$$s = \frac{F}{A} \quad (\text{N/m}^2 = \text{Pa}) \quad (3)$$

で表される。sは一般にずり応力 (shear stress) と呼ばれる (せん断応力ともいう)。

さて、ニュートンの仮説における”液体各部のなめらかさの不足から起こる抵抗”はその点におけるずり応力であり、また”液体各部が互いに引き離される速度”はずり速度であって、両者が比例するのであるから

$$s = \eta \cdot D \quad (4-1)$$

と書くことができる。ここに $\eta$ は物質に固有の定数で、粘性係数 (coefficient of viscosity) または粘度 (viscosity) と呼ばれる。

式(4)はニュートンの粘性法則 (Newton's law of viscosity) と呼ばれ、粘性に関する基本的な法則である。

$$\eta = s / D \quad (\text{Pa} \cdot \text{s}) \quad (4-2)$$

ハーゲン(Hagen)とポアズイユ(Poiseuille)は細い円管内の液体の流動について研究し、それぞれ1839年と1842年に同じような形の実験式を発表した。この実験式はその後ハーゲンバッハ (Hagenbach) によりニュートンの粘性法則を適用して次の理論式が完成されたが、最初の研究者の名をとってハーゲン・ポアズイユの法則と名付けられている (図2参照)。

$$Q = \frac{\pi \Delta p R^4}{8L\eta} \quad (5-1)$$

ここにQは液体の流量、 $\Delta p$ は円管の両端の圧力差、RおよびLはそれぞれ円管の内半径および長さ、 $\eta$ は粘度である。

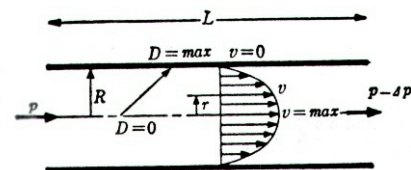


図2 円管内流動

ハーゲン・ポアズイユの法則の確立によりこれを応用した粘度測定器として細管式粘度計（オストワルド、キャノンフェンスケ、ウベローデなど）や短管式粘度計（レッドウッド、セイボルトなど）が完成され、これらの粘度計は1900年代の前半まで粘度測定の主流をなした。細管式粘度計で測定する粘度は(5-1)式を変形し次の式で求められる。

$$\eta = \frac{\pi R^4 \Delta p}{8QL} \quad (5-2)$$

又円管内のずり速度は次の式で与えられる。

$$D_w = \frac{4Q}{\pi R^3} \quad (5-3)$$

平均流速を  $v_a$  とすれば、 $Q = \pi R^2 v_a$  であるから

$$D_w = \frac{8v_a}{d} \quad (5-4)$$

$$\bar{D} = \frac{2}{3} D_w \quad (5-5)$$

$D_w$  : 管壁面のずり速度       $v_a$  : 平均流速

$\bar{D}$  : 平均ずり速度       $d$  : 内径 (2R)

ニュートンは、本文の最初に掲げた”プリンシピア”の粘性の法則の記述に続けて、液体中で回転する無限に長い円筒によって生ずる液体の流動について述べている。この時出された結論は150年後にストークス (Stokes) が誤りを見つけ次式を確立した。

$$\phi = \frac{C_1}{r^2} + C_2 \quad (6)$$

ここに  $\phi$  は円筒軸より  $r$  の距離にある液体の角速度で、 $C_1$  および  $C_2$  は積分定数である。式(6)は液体内で円筒が回転するとき、任意の点における液体の回転角速度はその点の回転軸からの距離  $r$  の自乗に反比例することを示している。この原理を応用して1881年に、マルグレス (Margules) は回転円筒による粘性測定を提唱し、1888年にクエット (Couette) が初めて図3のような回転粘度計を試作した<sup>1)</sup>、それ以来、現在に至るまでに20種類あまりの型式の回転粘度計が米・欧・日のメーカーで製作され市販されている。

図3の粘度計は回転する外筒と静止内筒が共通の軸上に配列されているので、

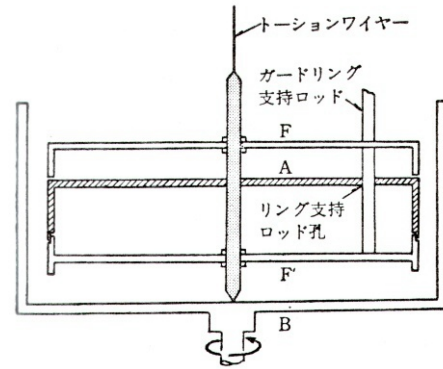


図 3<sup>3)</sup> クエット形粘度計 (Aは内筒でガードリングFおよびF'の内側にある。Bは外筒) (サンプルカップ)

共軸円筒形回転粘度計 (concentric-cylinder rotational viscometer) と呼ばれ、この図のように外筒が回転する形式をクエット形粘度計 (Couette's viscometer) と呼ぶことがある。また、(6)式で表される液体層流動はクエットの流れ (Couette's flow) と呼ばれている。

1900年に入ると、コロイド (colloid)、エマルジョン (emulsion)、サスペンション (suspension)、さらには高分子溶液 (polymer solution) などの複雑な構造をもつ物質が、化学工業の発達により無数といつていいほど作り出され市場に出回るようになった。これらの物質の大部分はその流動特性 (flow characteristics) が式(4)のニュートンの粘性法則に従わず、粘度  $\eta$  は定数ではなくてずり応力の関数  $\eta$  ( $s$ ) またはずり速度の関数  $\eta$  ( $D$ ) であることがわかった。例えば、ずり速度が増加すると粘度が減少する物質が多く見られるようになった。

流動特性が式(4)に従い、粘度  $\eta$  が定数である物質をニュートン性 (Newtonian) と呼び、粘度  $\eta$  がずり応力またはずり速度の関数である物質を非ニュートン性 (non-Newtonian) と呼ぶ。

細管式や短管式の粘度計は一つの機種では流下速度 (ずり速度) は測定液体の密度と粘度に依存して一種類に限定され、かつそのずり速度は管壁では最大で管の中心軸上では0であるから、最大値から0までの範囲にわたっているので非ニュートン性液体の粘度測定には不適であることがわかる。これに対して回転粘度計は内筒または外筒の回転速度 (一般に、毎分回転数 rpm – revolutions per minute – を使う) を変えることが

でき、1回の測定でいく通りものずり速度で測定することが可能であり、また回転速度を一定にして長時間の連続測定もできるので、非ニュートン性液体の粘性測定に適している。現在、粘性測定に供される物質の90%強は非ニュートン性であるから回転粘度計が主流を占め、細管式および短管式の粘度計は比較的低粘度〔0.2~10<sup>4</sup>センチストークス (cSt)〕のニュートン性液体の粘度測定に限定されるようになった。

本文の目的は生産技術または製造のラボで回転粘度計を使用して粘性測定を行うときの基本について説明することである。本文でしばしば出てくる”レオロジー” (rheology) という用語は”物質の流動と変形の科学”という意味で、流体 (fluid)、弾性体 (elastic body)、塑性体 (plastic body) および粘弾性体 (visco-elastic body) の物性を取り扱う物理学の一部門で、近来めざましい発展を遂げている物性論とは一部の分野で共通している。本文におけるレオロジーは流体および塑性流体に限られる。

## 2. 流動の特性値

流体の流動を表す特性値としては前節に述べたようにずり応力、ずり速度および粘度が挙げられるが、これ以外に流体の塑性流動 (plastic flow) を示す特性値として降伏値 (yield value) がある。降伏値はまた降伏応力 (yield stress) とも言われる。

これらの特性値の理論式を共軸円筒式回転粘度計について導いている。

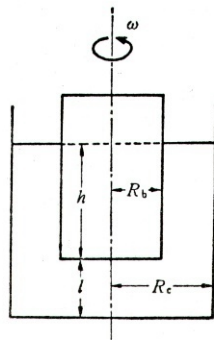


図4 共軸円筒回転粘度計 (内筒回転形)

図4に示す内筒回転形の回転粘度計を考える。内筒は角速度 $\omega$ で回転しているものとし、内筒および外筒の

半径をそれぞれ $R_b$ および $R_c$ 、内筒の液中にある高さを $h$ 、内筒下端面と外筒底面との距離を $l$ とする。

### 2.1 ずり応力

内筒と外筒とが液体を挟んで平衡状態にあるとき、内筒に作用するトルクと外筒内面が受けるトルクは等しく、また液体の各層にも同じトルクが作用する。内筒の端面を無視すると、トルク $T$ は

$$\begin{aligned} \text{トルク} &= \text{表面積} \times \text{半径} \times \text{ずり応力} \\ T &= 2\pi r h \times r \times s \end{aligned} \quad (7)$$

と書ける。内筒に作用するトルクは上式で $r = R_b$ とおくと

$$T = 2\pi R_b^2 h \cdot s_b \quad (8)$$

これより

$$s_b = \frac{T}{2\pi R_b^2 h} \quad (9)$$

が得られる。 $T$ はどの部分でも等しいから $r = R_c$ とおくと

$$2\pi R_c^2 h \cdot s_c = 2\pi R_b^2 h \cdot s_b \quad (10)$$

これより

$$\frac{s_b}{s_c} = \frac{R_c^2}{R_b^2} = \frac{1}{a^2} \quad (11)$$

ここに $a = R_b/R_c$ 、このようにずり応力の比は半径の自乗に反比例して変化する<sup>3)</sup>。

内筒の端面に作用するトルクを考慮するときは式(8)に端面による補正項を加えて

$$T = 2\pi R_b^2 h \cdot s_b + \frac{2\pi R_b^3}{3} \cdot s_b \quad (12)$$

これより

$$s_b = \frac{T}{2\pi R_b^2 h + \frac{2\pi R_b^3}{3}} \quad (13)$$

が得られる。

さらに円筒の上端面も液中に漬かり、その上方の半径 $R_1$ のスピンドルが $h_1$ だけ液中にあるときは

$$s_b = \frac{T}{2\pi R_b^2 h + 2\pi R_1^2 h_1 + \frac{2\pi R_b^3}{3} \times 2} \quad (13\cdot 1)$$

と書ける。

## 2.2 ずり速度

式(6)に $\dot{\phi}_b = \omega$ 、 $\dot{\phi}_c = 0$ を代入すると

$$\left. \begin{aligned} \dot{\phi} = \omega &= \frac{C_1}{R_b^2} + C_2 \\ \dot{\phi} = 0 &= \frac{C_1}{R_c^2} + C_2 \end{aligned} \right\} \quad (14)$$

これより

$$\left. \begin{aligned} C_1 &= \frac{\omega}{\frac{1}{R_b^2} - \frac{1}{R_c^2}} \\ C_2 &= \frac{-\omega R_b^2}{R_c^2 - R_b^2} \end{aligned} \right\} \quad (15)$$

したがって回転角速度 $\dot{\phi}$ は式(15)を式(6)に代入して

$$\dot{\phi} = \frac{\omega \frac{R_c^2 \times R_b^2}{r^2} - \omega R_b^2}{R_c^2 - R_b^2} \quad (16)$$

式(16)は同心軸から距離 $r$ にある液体層の回転角速度を表している。

ずり速度 $D$ は $-r \frac{d\dot{\phi}}{dr}$ に等しいから式(16)を $r$ につい

て微分して

$$D = -r \frac{d\dot{\phi}}{dr} = \frac{2\omega R_c^2 R_b^2}{(R_c^2 - R_b^2)r^2} \quad (17)$$

内筒面のずり速度は $r = R_b$ とおいて

$$D = \frac{2\omega R_c^2}{(R_c^2 - R_b^2)} = \frac{2\omega}{1 - \left(\frac{R_b}{R_c}\right)^2} = \frac{2\omega}{1 - \alpha^2}$$

$$\alpha = R_b / R_c \quad (18)$$

と書ける。

ロータの回転速度をrpmで表すと、Nrpmの角速度は

$$\omega = \frac{2\pi N}{60} = 0.1047N \text{ (rad/s)} \quad (19)$$

と書けるから、これを式(18)に代入して

$$D = \frac{0.2094}{1 - \alpha^2} N \quad (20)$$

で表すと実際上便利である。このずり速度の計算は流体がニュートン性であることを仮定しているの、これを非ニュートン性流体に適用するときは”見かけ”

のずり速度 (apparent shear rate) となる。

なお、上記の理論式は外筒回転 $\dot{\phi}_b = 0$ 、 $\dot{\phi}_c = \omega$ としても同一の式が得られる。

## 2.3 粘度

ニュートンの粘性法則、式(4)に式(9)のずり応力 $s$ および式(18)のずり速度 $D$ を代入すると

$$\eta = \frac{T}{4\pi\omega h} \left( \frac{1}{R_b^2} - \frac{1}{R_c^2} \right) \quad (21)$$

が得られる。式(21)はニュートン性流体についてのマルグレスの式として知られている。

内筒の $R_b$ 、 $h$ および $\omega$ 、外筒の $R_c$ は既知であるから、内筒に作用するトルク $T$ を測定すると粘度 $\eta$ が求められる。

この粘度式を非ニュートン性流体に対して適用するときは、得られた粘度は”見掛け粘度” (apparent viscosity) である。さらに厳密に言えば、ずり速度が見かけの値であるから、見かけの”見掛け粘度”である。

## 2.4 降伏値<sup>2)</sup>

クリーム類やマヨネーズなどの軟塑性体はそのまま放置した場合には固体と同じように流動しない。しかし比較的小さい外力を加えることによって容易に流動させることができるが、外力を除くとその形が保たれるから、自由な形に成形することができる。このような性質を塑性 (plasticity) といい、流動し始める応力の限界値 $s_0$ を降伏値 (yield value) という。

降伏値は食品、塗料、接着剤、印刷インキなどにとって重要な物性である。

## 3. 特性値の次元 (dimensions) と単位 (units)

昭和55年4月より計量単位をS I単位系 (国際単位系、Le Système international d'Unités) に統一することが法定されているので、本文ではこの単位を使用するが、これまで慣用されていたCGS単位系と関連づけるためにこの単位系を( )内に注記することにする。両単位系の関係は表1に示してある。なお、同表には

従来のMKS単位系および工学、特に土木建設関係で慣用されているMKS重力単位系との関係も併記してある。

ずり応力は力、Nニュートン ( $\text{kg}\cdot\text{m}/\text{s}^2=10^5\text{dyn}$ ) を面積 $\text{m}^2$  ( $10^4\text{cm}^2$ ) で割った値であるから $\text{N}/\text{m}^2=\text{Pa}$  (パスカル) ( $10\text{dyn}/\text{cm}^2$ ) である。降伏値 (降伏応力) も同一次元である。

ずり速度は速度÷距離で $\text{m}/\text{s}\div\text{m}$ であるから $\text{s}^{-1}$ の次元をもつ。

粘度は応力×時間の次元をもつから $\text{N}/\text{m}^2\times\text{s}=\text{N}\cdot\text{s}/\text{m}^2$  ( $10\text{dyn}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$ ) であり、単位として $\text{Pa}\cdot\text{s}$  (パスカル秒) (10P (ポアズ)) が使われている。

なお、 $\text{mPa}\cdot\text{s}$  (ミリパスカル秒) =cP (センチポアズ) であるから、従来cPが慣用されている場合には単に $\text{mPa}\cdot\text{s}$ に書き替えるだけでよい。

計量法によると、「 $1\text{N}\cdot\text{s}/\text{m}^2$ とは、流体内に $1\text{m}$ につき $1\text{m}/\text{s}$ の速度こう配があるとき、その速度こう配の方向に垂直な面において速度の方向に $1\text{m}^2$ につき $1\text{N}$ の力の大きさの応力が生じる粘度をいう」と明記されている。

#### 4. 流動曲線の型式

回転粘度計で粘性測定 (viscosity and flow measurement) を行う場合、回転速度を $N_1, N_2, \dots$ と幾通りにも変え、これらに対応する粘度計指示値 (dial reading)  $\theta_1, \theta_2, \dots$ を観測する。Nには決められたずり速度係数 (shear rate constant、5.3.2参照) を掛けてずり速度 $D_1, D_2, \dots$ に換算し、 $\theta$ には決められたずり応力係数 (shear stress constant、5.3.1参照) を掛けてずり応力 $s_1, s_2, \dots$ に換算して、方眼紙にプロットし $s-D$ 曲線を作図すると流動曲線 (flow curve) が得られる。 $s$ および $D$ の値を両対数方眼紙にプロットすると $\log s-\log D$ の流動曲線となる。この関係曲線は複雑な流動挙動を示す非ニュートン性流体の解析に適している。 $\theta$ 観測値に回転速度によって決まる換算乗数 (factor finder、5.3.3参照) を掛けて粘度を計算し $\eta-D$  (または $N$ ) をプロットすると、両者の関係曲線が得られ実際上の使用に便利である。

図5<sup>4)</sup>にニュートン性および非ニュートン性の代表的な流動曲線の型式を示してある。また同図には各型式に属する主な物質の名称を掲げておいた。

表 1 主な量の単位系の関係

量 \ 単位系	CGS	MKS	MKS 重力系	SI	摘 要
力	dyn	N	kgf	N	N:ニュートン= $\text{kg}\cdot\text{m}/\text{s}^2$
	1	$10^5$	$\frac{1}{9.81\times 10^5}$	$10^5$	kgf=9.81N 9.81:重力の加速度( $\text{m}/\text{s}^2$ )
圧力 ずり応力	$\text{dyn}/\text{cm}^2$	bar	$\text{kgf}/\text{m}^2$	Pa	Pa:パスカル= $\text{N}/\text{m}^2$
	1	$10^6$	$\frac{1}{9.81\times 10}$	$10^1$	
粘 度 (絶対粘度)	P	$\text{N}\cdot\text{s}/\text{m}^2$	$\text{kgf}\cdot\text{s}/\text{m}^2$	$\text{Pa}\cdot\text{s}$	P:ポアズ= $\text{dyn}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$
	1	$10^1$	$\frac{1}{9.81\times 10}$	$10^1$	$\text{Pa}\cdot\text{s}$ :パスカル秒= $\text{N}\cdot\text{s}/\text{m}^2$ 1cP=1mPa·s
動粘度	St	$\text{m}^2/\text{s}$	$\text{m}^2/\text{s}$	$\text{m}^2/\text{s}$	動粘度=絶対粘度 / 密度
	1	$10^4$	$10^4$	$10^4$	1cSt=1 $\text{mm}^2/\text{s}$



図 5 流動曲線の型式

ニュートン性 (Newtonian)	非ニュートン性 (non-Newtonian)					
	擬塑性 (pseudoplastic) (構造粘性)	ダイラタント (dilatant)	塑性 (plastic)		時間依存性 (time-dependent)	
			ビンガム (Bingham)	非ビンガム (non-Bingham)	チクソトロピー (thixotropy)	レオベキシー (rheopexy)
$s = \eta D$	$s = \mu D^n$ $1 > n > 0$	$s = \mu D^n$ $n > 1$	$s - s_0 = \eta_p \ell D$ $s_0$ : 降伏値 $\eta_p \ell$ : 塑性粘度	$s - s_0 = \mu D^n$ $s_0$ : 降伏値		
水 一般溶剤 単相溶液 モーターオイル 植物油 砂礫水溶液 食塩水溶液 液体パラフィン グリセリン シリコン油	高分子融液および溶液 ゴム溶液、粘着のり、 でんぷんのり、ビスコース ラテックス、 アセテート筋糸液 エマルジョン ラッカー・ワニス 塗料・染料 ワックス グリース ロード コンデンスミルク コンデンスフルーツ ジュース 紙パルプ アルミニウム石鹼 (ガソリン溶液)	でんぷん水溶液 雲母・石英粉末の水 サスペンション(高濃 度) 粘土スラリー 流砂・湿った海浜の砂 塗料 カーボンテトラクロ ライド バターミルク製チョコ レート	トマトケチャップ マーガリン ねりはみがき 各種スラリー 窯業ペースト・粗陶土 穀粉水サスペンション 泡立てた卵白 パテ 栄養クリーム 石灰乳 こんにやく精粉 水溶液(良質)	塗料 印刷インキ マヨネーズ こんにやく精粉 水溶液(優質) アスファルト 濃厚サスペンション 導電性ペースト シーリング材	塗料 ココア 重印刷インキ クレンジングクリーム パニングクリーム 粘土サスペンション グリース ねりはみがき	粘土スラリー

s: ずり応力(Pa) N: ロータ回転数(rpm)  $\theta$ : 粘度計指数  $\eta$ : ニュートン粘度  $\mu$ : 非ニュートン粘性係数 D: ずり速度( $s^{-1}$ )  $\eta_a$ : 見掛け粘度 n: 非ニュートン粘性指数  $s_0$ : 降伏値

小野木重治、レオロジー要論、横書店、1968

### 4.1 ニュートン性流体

s と D の関係は式(4-1)の

$$s = \eta \cdot D$$

で表される。このように s と D との関係を示す式を流動方程式 (flow equation) という。ニュートン性の流動曲線は図5のように原点を通る右上がりの直線で、D が例えば2倍になると s も2倍になる。D軸に対する傾斜角の tangent ( $\tan^{-1}s/D$ ) が粘度である。上式の log をとると

$$\log s = \log \eta + \log D$$

となり、 $\log s - \log D$  のグラフは図5のように  $D = 1s^{-1}$  の縦軸上  $s = \eta$  の点が始点となり  $\log D$  軸に対して  $45^\circ$  の傾斜角を持つ直線となる。ニュートン性については

この  $\log - \log$  流動曲線はあまり意味がないので、普通は作図しない。 $\eta - D$  のプロットは D 軸に平行な直線でニュートン粘度は D に依存しないことを示す。この形に属する物質は水、一般の溶剤、石油などの単分子液体である。

### 4.2 非ニュートン性流体

#### 4.2.1 擬塑性 (pseudoplastic)

s - D 流動曲線は原点を通り D 軸に凹の曲線となる。すなわち回転速度が、例えば 2 倍になっても  $\theta$  は 2 倍以下で、D の増加する割合に比べて s の増加割合が小さい。この曲線の形から流動方程式は

$$s = \mu D^n, \quad 1 > n > 0 \quad (22)$$

で表される。ここに $\mu$ は非ニュートン粘性係数 (non-Newtonian coefficient of viscosity)、 $n$ は非ニュートン粘性指数 (non-Newtonian index of viscosity) である。この流動方程式はべき乗法則 (power law) とよばれる。図5に示したように、あるずり速度に対応する曲線上の点と原点とを結んだ直線の傾斜角のtangentがそのずり速度における粘度であるが、図5からわかるように傾斜角はずり速度が大きくなるほど小さくなり粘度が減少していく。このように、非ニュートン粘度はずり速度によって変わるので、粘度はそれを測った時のずり速度における値という意味で“見掛け粘度” (apparent viscosity) といい、 $\eta_a$  で表わす。

式(4)に式(22)を代入すると

$$\eta_a = \frac{s}{D} = \frac{\mu D^n}{D} = \mu D^{n-1} \quad (23)$$

が得られる。 $n < 1$  であるから、 $n - 1 < 0$  となり、 $\eta_a$  は $D$ が増加するとともに減少することが示される。

式(22)の対数をとると

$$\log s = \log \mu + n \log D \quad (24)$$

となり、 $\log s - \log D$  曲線は $D = 1 \text{ s}^{-1}$ の縦軸上 $s = \mu$ の点を始点として $\log D$ 軸に対する傾斜が $n$  ( $45^\circ$  以下)の直線となる。 $\eta_a - D$  曲線は $D$ 軸に対して凸の曲線となる。又式(23)の対数をとると、

$$\log \eta_a = \log \mu + (n - 1) \log D \quad (25)$$

となる。図5には示していないが、 $\eta_a$ と $D$ を両対数方眼紙にプロットすると右下がりの直線に乗ることが多く、擬塑性性に対しては $\log \eta_a - \log D$ のグラフを作図するのが通例である(粘度曲線)。 $\log \eta_a - \log D$ のグラフは $D = 1 \text{ s}^{-1}$ の縦軸上 $\eta_a = \mu$ の点を始点として $\log D$ 軸に対する傾斜が $(n - 1)$ の直線となる。このようにずり速度の増加とともに粘度が減少するのはずり変形力の増大により構造破壊が進むからである。 $n$ が小さいほど流体の凝集構造が弱いことを示している。この意味で擬塑性性は構造粘性 (structural viscosity) ともいわれる。なお、ニュートン性では $n = 1$ で、単分子流動だから構造破壊は起こらない。この形に属する物質は高分子溶液やエマルションなど多種類があり、非ニュートン性液体の大部分を占める。

#### 4.2.2 ダイラタント (dilatant)

擬塑性とは逆の挙動を示し、ずり速度の増加とともに粘度が増大する。流動方程式はべき乗法則で表されるが $n > 1$ である。すなわち

$$s = \mu D^n, \quad n > 1 \quad (26)$$

この挙動はずり粘稠化 (shear-thickening) ともいわれる。この形に属する物質は湿った海浜の砂、でんぷん水溶液、高濃度の粘土スラリーなどにみられることがあり、種類は少ない。

#### 4.2.3 ビンガム塑性 (Bingham plastic)

流動曲線は右上がりの直線であるが、この直線を左に延長すると、 $D = 0$ の縦軸を原点の上方で切る。この切片を $s_0$ とすると、これが降伏値である。ビンガム塑性は降伏値をもつ流動挙動を示す液体で、1919年にビンガム (Bingham) 博士が発見したのでその名がつけられた。これをきっかけにして非ニュートン性の研究が進んだのである。ちなみに、“レオロジー”はビンガム博士の命名である。流動方程式は

$$s - s_0 = \eta_{pl} D \quad (27)$$

で表わされる。ここに、 $\eta_{pl}$ は塑性粘度 (plastic viscosity) またはビンガム粘度 (Bingham viscosity) とよばれる。式(27)は

$$\eta_{pl} = \frac{s - s_0}{D} \quad (28)$$

と書けるから、 $\eta_{pl}$ はずり応力から降伏値を引いた値をずり速度で割って求められる。

$\eta_{pl} - D$  曲線はずり応力が降伏値以下のときは粘度が無限大で流動せず、降伏値を超すと粘度が急速に減少して流動を起こし、それ以後は $\eta_{pl} = \text{一定}$ となって、見かけ上はニュートン粘性のような挙動となること示している。このことから $\eta_{pl}$ はずり依存性がないことがわかる。この形に属する物質は各種スラリーなどで、土木工学では下水や低濃度の汚泥をビンガム塑性として扱っている。

#### 4.2.4 非ビンガム塑性 (non-Bingham plastic)

流動曲線は擬塑性またはダイラタントの挙動を示しているが、曲線を左に延長すると $D = 0$ の縦軸を原点の上方で切る。この切片が降伏値 $s_0$ である。したがって非

ビンガム塑性は降伏値をもった擬塑性または降伏値をもったダイラタント性といえることができる。流動方程式ハーシェルバークレー (Herschel-Bulkley) の式(29)で表される。

$$s - s_0 = \mu D^n \quad (29)$$

で、 $1 > n > 0$ のときは降伏値をもった擬塑性  
 $n > 1$ のときは降伏値をもったダイラタントである。  
 $\log s - \log D$ の流動曲線は $n > 1$ の場合、 $\log D$ 軸に対する傾斜角が $45^\circ$ より大きく、 $1 > n > 0$ の場合は $45^\circ$ より小さい直線となり、この直線を左の方に延長すると、 $D = 1s^{-1}$ の縦軸を降伏値 $s_0$ の点で切る。  
 $\eta_a - D$ 曲線は $n > 1$ の場合、応力が降伏値以下のときは $\eta_a$ が無量大で、降伏値を超えると急速に低い $\eta_a$ となり、それ以後は $D$ の増加とともに $\eta_a$ は増加する。 $1 > n > 0$ の場合は流動開始直前までは前者と同様であるが、以後は $D$ の増加とともに $\eta_a$ は減少している。  
 この形に属する物質は塗料、印刷インキ、比較的濃厚なサスペンションなどで、非ニュートン性物質で、この挙動を示すものはかなり多い。ただし、 $n > 1$ の挙動をもつ物質はごくまれである。

#### 4.2.5 チクソトロピー (揺変性、thixotropy)

チクソトロピーは分散系液体 (サスペンション、エマルジョン) にずり変形やずり速度を加えたときにおける構造破壊と回復の不均衡によって起こる現象である。例えばチクソトロピー性液体に振動や攪拌などのずり変形を与えると、液体の粘性が減少し流動性が増すが、力を除いて静置しておくと、ある時間経過後もとの状態に戻る。ずり変形により粘性が減少する点で擬塑性和混同されるが、両者の差異は構造破壊と回復が時間に依存して変化したかどうかの違いである。すなわち、擬塑性液体はずり変形が加えられると、構造破壊のために粘性が減少するが、構造破壊は瞬間的でずり変形がとり除かれるとただちに回復する。チクソトロピー性液体では時間に依存して破壊が進み、破壊された構造はすぐには回復しない。このことは回転粘度計でロータ回転速度を低い方から順次増加して指示値 $\theta$ を観測し、最高回転速度に達したのち逆に回転速度を順次下降させて指示値 $\theta$ を観測して、 $s$  (または $\theta$ ) -  $D$  (または $N$ ) の流動曲線を図5 (又は図38参照) のよう

に作図するとよくわかる。チクソトロピーでは構造破壊の回復に時間がかかり、回転速度の上昇曲線と下降曲線とは同じ傾向をたどらずヒステリシスループを描く。擬塑性では構造破壊の回復が早いので上昇曲線と下降曲線とは同一経路をとる。このヒステリシスループの面積の大きさがチクソトロピーの度合いを表すパラメータとなる。

$\eta_a$ -時間の関係をプロットとすると、図5のように $\eta_a$ は時間とともに減少し、ある一定時間経つと平衡状態となり一定粘度で安定する。これを応力緩和曲線 (stress relaxation curve) (図34参照) というが、このようにチクソトロピー性液体のレオロジー挙動は時間に依存するので、時間依存性 (time-dependent) とよばれる。この系に属する物質は塗料、印刷インキ、導電性ペースト・ココアなどで、これらの物質の特性 (塗布性・レベリング性・タレ性・食感など) としてチクソトロピーは重要である。

図6はチクソトロピー性物質の構造破壊と粘度回復挙動を示す。サンプル①は擬塑性、②及び③はチクソトロピー性。同様に、サンプルaは擬塑性で瞬時に粘度が回復している。b及びcはチクソトロピー性で、回復にある時間を要している。

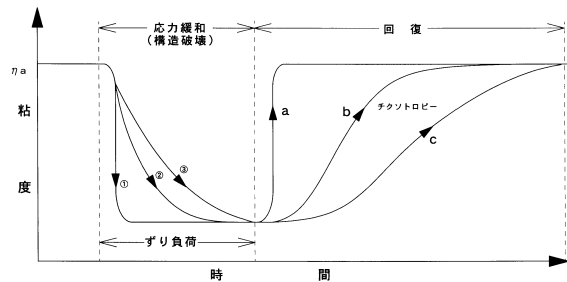


図6 サンプルの粘度回復曲線

塗料やインキなどのコーティング材では、高ずり状態で粘度が低下し流動性が良くなり、刷毛さばきなどの作業を容易にする。コーティング終了後、低ずり速度において粘度が回復し固化する。bのようなサンプルは回復するまでの間レベリングする。cのように、回復が遅すぎると、かえってタレを生ずる。このように固化するまでの最適な遅れ時間 (回復時間) を調節することは作業性等に重要となる。

#### 4.2.6 レオペキシー (rheopexy)

レオペキシーも時間依存性挙動を示すが、チクソトロピーと全く逆である。このことから逆チクソトロピー (anti-thixotropy) と言われることがある<sup>1)</sup>。

この形に属する物質は (高濃度スラリー・分子量の大きい溶液などに見られるが) ごく少ない。

又、粘度測定中に溶剤の揮発等で濃度が変化・化学的な反応などでも、このような現象が見られるので注意を要する。(6.2.1参照)

### 5. 回転粘度計

現在市販されている粘度計は多岐に渡っているが JIS Z 8803「液体の粘度測定法」によれば次の6種類に分類される。

- (1) 毛細管粘度計
- (2) 落球粘度計
- (3) 共軸二重円筒形回転粘度計
- (4) 単一円筒形回転粘度計
- (5) 円すい平板形回転粘度計
- (6) 振動粘度計

上記(1)、(2)は1節で記したように、ずり速度及びずり応力によって見かけの粘度が変化するので非ニュートン性物質の測定には適さない。

非ニュートン性物質の測定には(3)、(4)、(5)の回転粘度計が使用される。

#### 5.1 回転粘度計の種類と対応JIS規格

回転粘度計は一般に駆動部、検出部および計測部より構成される。駆動部は同期モータにより変速機構を経て検出部を駆動する。検出部は共軸の円筒および外筒から構成され、外筒はサンプルカップを兼ねている。回転方式には外筒回転形と内筒回転形とがある。これらの方式は最初の発明者の名をとってクエット形、後者をサーレ (Searle) 形と呼ぶことがある。計測部は内筒が受ける粘性トルクをトーションばねで平衡させ、この時生ずる偏角を直接に読み取るか、トランスデューサーで計測量に変換する。機構の原理を図7-1、7-2に模式化してある。

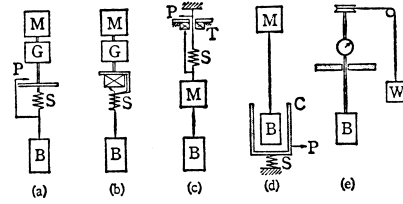


図 7-1 内筒回転形粘度計原理図

M: 同期モータ、G: 変速機、B: ボブ (ロータ)、P: 指針、S: トーションばね、T: トランスデューサー、C: 外筒 (カップ)

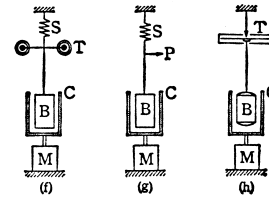


図 7-2 外筒回転形粘度計原理図

又回転粘度計を接液部の構造・用途等からISO規格上で次の二系列に分類できる。

1. ISO 2555法 (翻訳JISとしてJIS K 7117-1プラスチック—液状、乳濁状又は分散状の樹脂—ブルックフィールド形回転粘度計による見掛け粘度の測定方法)

単一円筒形回転粘度計を使用し、回転速度・スピンドルの選定方法はフルスケールの20%~95%の範囲で測定する様推奨している。

しかし、高精度で測定する場合はフルスケールの45%~95%の範囲が好ましい。粘度計の校正は粘度計校正用標準液 (JIS Z 8809) 又は、シリコン校正液 (SC-100、SC-2000など) によってフルスケールの50%~95%の範囲で実施することを推奨している。読み取りは指示値が安定した時に行う。(チクソトロピー性の場合には指示値が時間に依存して変化する。この場合は読み取りまでの時間をあらかじめ決定して一定の時間の後の値を読み取る。) 報告には粘度計の型式・スピンドル番号・回転速度・読み取りまでの時間等が必要となる。

単一円筒形回転粘度計対応規格

- JIS A 6203 セメント混和用ポリマー・・・
- JIS A 6024 建築補修用注入エポキシ樹脂
- JIS A 9526 建築物断熱用吹付硬質ウレタンフォーム
- JIS C 2103 電気絶縁ワニス試験方法

JIS C 2105 電気絶縁用無溶剤液状レジン試験方法  
 JIS C 2351 エナメル線用ワニス  
 JIS K 1557-5 プラスチックホリウレン原料ホリオール試験  
 JIS K 3920 フロアーポリッシュ試験方法  
 JIS K 5101-6-2 顔料試験方法  
 JIS K 5116 二酸化チタン  
 JIS K 6249 未硬化及び硬化シリコンゴムに試験方法  
 JIS K 6726 ポリビニールアルコール試験方法  
 JIS K 6729 ポリビニールホルマール試験方法  
 JIS K 6804 酢酸ビニール樹脂  
 JIS K 6806 水性高分子ーイソシアネート系樹脂  
 JIS K 6807 ホルムアルデヒド系樹脂  
 JIS K 6833 接着剤の一般試験方法  
 JIS K 6861 α-シアノアクリレート系樹脂  
 JIS K 6870 接着剤の可使時間（ポットライフ）  
 JIS K 6901 液状不飽和ポリエステル樹脂試験方法  
 JIS K 6910 フェノール樹脂試験方法  
 JIS K 6919 繊維強化プラスチック用液状不飽和ポリエステル  
 JIS K 6929-1 プラスチックエポキシ樹脂用硬化剤及び促進剤  
 JIS K 7117-1 回転粘度計による粘度試験方法  
 JIS K 7147 プラスチックエポキシ樹脂-試験方法  
 JIS K 7231 エポキシ樹脂及び硬化剤の試験方法  
 JIS K 7233 エポキシ樹脂及び硬化剤の粘度試験方法  
 JIS K 7238 エポキシ樹脂の指定分類  
 JIS R 1652 セラミックスリーの粘度測定方法  
 JIS Z 3197 はんだ付用樹脂系フラックス試験方法  
 JIS Z 8803 液体の粘度測定方法

2. ISO 3219法（翻訳JISとしてJIS K 7117-2プラスチック—液状、乳濁状又は分散状の樹脂—回転粘度計による定せん断速度での粘度の測定方法）

共軸二重円筒形回転粘度計・円すい平板形回転粘度計を使用する。

測定は、その粘度計で可能な回転速度の設定又はプログラムに基づいてできる限り多くのずり断速度（4種類以上）で行い、また粘度とずり速度について広範囲のグラフが描けるように広く異なったずり速度で行うことが推奨される。非ニュートン性液体の場合は、ずり速度を増やす方向で測定を始める（Upモード）。次にずり速度を減らしながら以降の測定（Downモード）

を行う。

この方法により定性的ではあるがチクソトロピー性とレオペキシー性の評価ができる。（10.2項参照）チクソトロピー系の場合は、ずり速度増加時と減少時の両方の値を報告する。

最近の品質管理方法やJIS等の規格にISO 3219（JIS K 7117-2）に準拠するものが増加傾向にある。これはB形粘度計に代表されるISO 2555（JIS K 7117-1）法ではずり速度が理論的に算出できないことや、サンプル量が多く温度制御が困難なことに起因する。

円すい平板形の特徴は後述（6.1参照）するが、B形粘度計の欠点を補う方法として採用されることで新しい規格等への採用が拡大していることを意味していると考えられる。研究開発用はもとより品質管理用としても最適な方法と言える。

円すい平板形回転粘度計対応規格

JIS A 9526 建築物断熱用吹付硬質ウレタンフォーム  
 JIS K 3920 フロアーポリッシュ試験方法  
 JIS K 5601-2-4 塗料成分試験方法（アルキド樹脂）  
 JIS K 6870 接着剤—多成分接着剤のポットライフ  
 JIS K 6910 フェノール樹脂試験方法  
 JIS K 6929-1 プラスチックエポキシ樹脂用硬化剤・・・  
 JIS K 7117-2 プラスチック—液状、乳濁状又は分散状の樹脂—回転粘度計による定せん断速度での粘度の測定方法  
 JIS K 7147 プラスチックエポキシ樹脂-試験方法  
 JIS K 8008 生化学試薬通則  
 JIS R 1652 セラミックスリーの回転粘度計による粘度測定方法  
 JIS R 1665 セラミックスリーの回転粘度計によるチクソトロピー性測定方法  
 JIS S 6039 油性ボールペン及びレフィル  
 JIS S 6054 水性ボールペン及びレフィル  
 JIS S 6061 ゲルインキボールペン及びレフィル

本文では主として内筒回転形の単一円筒形回転粘度計（5.3項）および円すい平板形回転粘度計（6節）（いずれも東機産業社製）について述べることとする。当社の主な粘度計を表2に示す。

表2 粘度計機種一覧表

型 式	仕 様 又 は 特 長
TVC-10形粘度計	<p>■BⅡ形粘度計の姉妹機。手軽な粘度測定、シンプルで耐久性に優れたハンディー仕様のデジタル回転粘度計。回転速度 20rpm に加え 10・5rpm を追加、粘度測定レンジが拡大。単三電池×4 本、AC アダプタ(オプション) 測定表示部の分離可、測定範囲:10~8×10<sup>6</sup>mPa・s (C 形・TVC-7形粘度計の後継機)</p>
BⅡ形粘度計	<p>■単一円筒形回転粘度計。電源:専用 AC アダプタ使用、100~230V 機 種:BLⅡ形、BMⅡ形、BHⅡ形、BSⅡ形の4機種。 測定範囲:1~12×10<sup>6</sup>mPa・s(全4機種及びオプション測定システム使用時) 精 度:±2%FS、再現性:±0.3%FS</p>
TVB-10形粘度計	<p>■デジタル式単一円筒形回転粘度計。トーションワイヤ+磁気軸受方式の採用により優れた耐久性。アナログ式B形粘度計の後継機。オートストップ機能およびゼロ・スパン補正の設定機能付き。 機 種:TVB-10M形、TVB-10H形、TVB-10R形、TVB-10U形の4機種。 測定範囲:1~64×10<sup>6</sup>mPa・s(全4機種及びオプション測定システム使用時) 精度:±1%FS、再現性:±0.2%FS、</p>
TVB-15形粘度計	<p>■デジタル式単一円筒形回転粘度計。仕様・基本性能はTVB-10形と同じ データ出力機能付き。専用ソフト「Visco-chart」使用時にはデータの取り込みだけでなくPCからの制御が可能。 機種:TVB-15M形、TVB-15H形、TVB-15R形、TVB-15U形の4機種。</p>
TV-25形粘度計	<p>■宝石軸受を使わない「ピボットレス機構」の新しいタイプのデジタル式回転粘度計。 バネを使用しない「トルクバランス・サーボ方式」によるトルク検出により広いダイナミックレンジで優れた直線性と再現性を実現。マルチレンジ機能により1台で複数台の測定範囲に対応。オートゼロ設定機能付き 専用ソフト「Visco-chart」の使用時はPCからの制御が可能。 精 度:±1%FS、再現性:±0.2%FS、回転速度:0.1~100rpm(0.1rpm ステップ)</p>
TVB-25形	<p>●デジタル式単一円筒形回転粘度計。機種:TVB-25L形、TVB-25H形の2機種。B形粘度計対応 測定範囲:1~3.2×10<sup>8</sup>mPa・s(全2機種及びオプション測定システム使用時)</p>
TVE-25形	<p>●デジタル式円すい平板(コーンプレート)形回転粘度計。機種:TVE-25L形、TVE-25H形の2機種。 測定範囲:0.6~30×10<sup>6</sup>mPa・s(全2機種及びオプション測定システム使用時)</p>
TV-35形粘度計	<p>■TV-25形粘度計の全機能+自動プログラム運転機能(最大40ステップ)。オートレンジ機能</p>
TVB-35形	<p>●デジタル式単一円筒形回転粘度計。機種:TVB-35L形、TVB-35H形の2機種。B形粘度計対応</p>
TVE-35形	<p>●デジタル式円すい平板(コーンプレート)形回転粘度計。機種:TVE-35L形、TVE-35H形の2機種。</p>
TPE-100形粘度計	<p>■デジタル式円すい平板(コーンプレート)形回転粘度計。基本性能はTVE-35形と同じ 空冷式ペルチェ温調システムにより循環恒温槽が不要。専用ソフト「Visco-chart」により温度プログラムが可能。 モーターによる測定駆動部(コーンロータ側)の昇降によりギャップ調整が自動化。 機 種:TPE-100L形、TPE-100H形の2機種。</p>
R85形粘度計	<p>■コンパクトで操作性に優れたデジタル式回転粘度計。オートロック、ゼロ・スパン設定機能付き。 測定精度:±2%FS、再現性:±0.2%FS。</p>
RB-85形	<p>●RB-85L形、RB-85H形、RB-85R形、RB-85S型、RB-85U形の5機種。B形粘度計対応。</p>
RE-85形	<p>●RE-85L形、RE-85H形、RE-85R形、RE-85U形の4機種。コーンプレート形(E形)対応。</p>
R215形粘度計	<p>■55ステップのプログラム測定が可能なデジタル式回転粘度計。専用ソフトでのデータ解析でサンプルの流動特性を数値化することが可能。回転速度:0.01~300rpm(0.01rpm ステップ)オートロック、ゼロ・スパン設定機能付き。 スローモード測定:無段変速により連続的な流動曲線を比較的短時間で得ることが可能。 測定精度:±2%FS、再現性:±0.2%FS。</p>
RB-215形	<p>●RB-215L形、RB-215H形、RB-215R形、RB-215S型、RB-215U形の5機種。B形粘度計対応</p>
RE-215形	<p>●RE-215L形、RE-215H形、RE-215R形、RE-215U形の4機種。コーンプレート形(E形)対応。</p>
RE-215SR形粘度計	<p>■RE-215形粘度計の全機能+ばね緩和(SR)測定機能を持つ最上位機種種の粘度計。 ばね緩和測定の結果を専用ソフトで解析することにより極低・ずり速度領域(10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup>~)の流動評価が可能。 RE-215SR/L形、RE-215SR/H形、RE-215SR/R形、RE-215SR/U形の4機種。コーンプレート形(E形)対応。</p>

## 5.2 粘性測定を行うときの条件<sup>3)</sup>

回転粘度計で粘性測定を行うときは次の条件が満たされるよう留意することが重要である。

- (1) 液体は非圧縮性 (incompressible) である。
- (2) 液体の運動は層流 (laminar flow) である。
- (3) 流れの線 (flow line) は回転軸に直角な水平面内で円を描く。すなわち、速度は半径のみの関数で、半径方向および軸方向の流れは零とする。
- (4) 運動は定常 (steady) である。すなわち回転角速度  $\omega$  は時間に対して一定 ( $\frac{d\omega}{dt} = 0$ ) である。
- (5) 円筒に直接に接触している液体と円筒面の間には相対運動、すなわち滑り (slippage) がない。
- (6) 運動は2次元 (two dimensional) である。
- (7) 測定系は等温 (isothermal) である。

近来、弾性液体 (elastic liquid) <sup>5)</sup> の粘性測定の要求が増えてきているが、回転粘度計で測定するときは条件1を考慮し、特別な処理が必要である。この問題は本文の範囲には含まれない。低粘度液体を高回転速度で測定するとき乱流 (turbulent flow) が起り易く、条件2が満たされない場合がある。これについては7節で述べる。条件3は遠心力 (centrifugal force) を無視するということであるが、回転速度が低いときに成り立つ。これはまた条件2とも関連があるので後節でふれる。仮定5は高粘度ゲルの時に起りうる。滑りが生ずると流動曲線が急激に下降するので注意を要する。仮定6は端面効果 (end effect) およびエッジ効果 (edge effect) を無視することである。これについては5.4節で述べる。また流れに対する直角方向の力、すなわち法線応力 (normal stress) を無視しているが、これについても12節でふれる。

## 5.3 単一円筒形回転粘度計

JIS Z 8803 (液体の粘度測定方法) に規定される単一円筒形回転粘度計の代表的な粘度計。ISO 2555 (JIS K 7117-1) をはじめ、多くの規格等に採用されて品質管理用等として巾広く使用されている。代表的な粘度計としてB形粘度計がある。

アナログ式のB形粘度計のヘッド部分をデジタル化した粘度計 (RB-85・RB-215・TVB-10・

TVB-15・TVB-25及びTVB-35シリーズの粘度計) も単一円筒形回転粘度計である。

B II形粘度計には低粘度シリーズ: BL II、BM II形の2機種および高粘度シリーズ: BH II、BS II形の2機種がある。代表的な粘度計の外観は図8-1及び図8-2に示してある。BL II形はBM II形に1~100mPa・s (cP) の範囲が測れる低粘度用BLアダプタを付属させたものである。BLアダプタは共軸二重円筒として扱える。

ロータには図9のように直円筒形および円板形の2種類があり、寸法の異なる数種類が付属している。



図 8-1 B形粘度計外観



図 8-2 TVB-10形粘度計

ここでロータの定義をしておくと、図9の形状 (B Hシリーズは別種7本が付属) のものを我々はロータ

と呼んでいるが、欧米ではスピンドルと称し、特に円筒形または円板形の部分をボブ (bob) とよんでいる。粘度測定に際して低粘度シリーズは “U” 字形のガード (内矩31.8×長140×幅9mm) を取付け、また高粘度シリーズは “U” 字形のガード (内矩76.2×長200×幅9mm) を取付ける。これらのガードはロータを保護すると共に、サンプルカップの大きさに影響されないで粘度を測定できるように考慮されたものである。

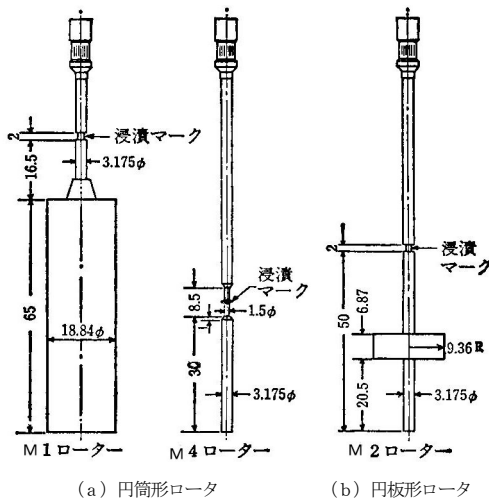


図9 ロータの形状例 (BMII形ロータ) (単位: mm)

この方式は現場向けには便利であるが、ずり速度が理論的には確定できない。実験室におけるデータ解析には、ずり速度や粘度の計算に後述 (5.3.2及び5.3.4節) のような処理をすれば概略の結果が得られる。(図12参照)

5.3.1 ずり応力

これまでずり応力の式の分子にトルク T を使ってきたが、トルクは粘度計指示値  $\theta$  を使って次のように表わせる。

$$T = k \theta \tag{30}$$

ここに、k はトーションばねのねじり定数 (torsion constant) で、指示値  $\theta$  の1目盛 (division) 当たりのトルクを表し、各機種により決った値である (表3)。なお、 $\theta$  はフルスケール (F.S.) が100目盛である。式 (13-1) と (30) よりずり応力は次式のように表される。

$$s = \frac{k \theta}{2\pi R_b^2 h + 2\pi R_1^2 h_1 + \frac{2\pi R_b^3}{3} \times 2} \text{ (Pa)} \tag{31}$$

表3 単一円筒形回転粘度計のねじり定数 (k) 表

ねじり定数	機種 BL II, BM II TV-10M	BH II TV-10H	BS II	TV-10R	TV-10U
( $\mu N \cdot m / 1$ 目盛 (=10dyn·cm/1目盛))	0.6737	7.187	21.561	14.374	57.496

分母の第1項は主円筒の側面、第2項は液中に漬っているスピンドル軸側面、第3項は円筒の上端面および下端面の回転軸に関する表面積モーメントである。上端面の効果は、液面が上端面と一致するときは零で、上端面が液中につかると粘性抵抗が作用するが、深さが浅いときは液面も端面の回転につれて回転するので端面効果はあまり大きくない。ある深さ以上になると一定値となる。この深さは平均して5mmとされている

(5.4.(3)節参照)。

式(31)を変形して

$$s = K_1 \cdot \theta \text{ (Pa)} \tag{32}$$

$$K_1 = \frac{k}{2\pi R_b^2 h + 2\pi R_1^2 h_1 + \frac{2\pi R_b^3}{3} \times 2}$$

と書く。K<sub>1</sub>をずり応力係数 (shear stress constant) と名付ける。尚、TVB-2.5M/TVB-3.5M粘度計にある2.5M、5Mレンジでのずり応力係数は表4-1のK<sub>1</sub>の値のそれぞれ2.5倍、5倍となる。また、BS II形粘度計、TVB-10R、TVB-10U形粘度計 (及びR・Uレンジ) におけるずり応力係数は表4-2のK<sub>1</sub> (B<sub>H</sub>) と下記の関係にある。

BS II形粘度計  $K_1 (BS) = K_1 (BH) \times 3$

TVB-10R形粘度計  $K_1 (R) = K_1 (BH) \times 2$

TVB-10U形粘度計  $K_1 (U) = K_1 (BH) \times 8$

ボブに円すい円筒形 (conical-cylindrical) を用いたロータ (図10) は端面効果が非常に小さく、またエッジ効果も小さいので、次の理論式と実際のデータとよく合う。

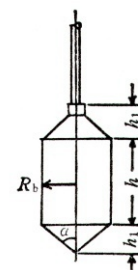


図10 円すい円筒形ボブ



$$s = \frac{k\theta}{2\pi R_b^2 \left[ h + \frac{R_b}{3 \sin \alpha} \times 2 \right]} \quad (32-1)$$

5.3.2 ずり速度

ずり速度は式(18)および(20)より

$$D = \frac{2\omega}{1 - \left(\frac{R_b}{R_c}\right)^2} = \frac{0.2094}{1 - \left(\frac{R_b}{R_c}\right)^2} \cdot N = K_2 \cdot N,$$

$$K_2 = \frac{0.2094}{1 - \left(\frac{R_b}{R_c}\right)^2} \quad (33)$$

で表される。K<sub>2</sub>はずり速度係数 (shear rate constant) と名付ける。

B形粘度計付属の各ロータはすでに述べた通り、厳密な共軸円筒形ではないので、上式を適用してDの理論値を算出できない。しかし、BLアダプタはカップとロータとのクリアランスがR<sub>c</sub> - R<sub>b</sub> = 1.385 - 1.258 = 0.127 (cm) と小さくほぼ共軸円筒形なので、式(33)からK<sub>2</sub> = 1.193が得られる。またBMII形# 4ロータ(図9)は直径3.175mmの直円筒形で、R<sub>b</sub>/R<sub>c</sub> ≪ 1であるからR<sub>c</sub>が無限大の単一円筒形とみなされるので、

式(33) 5.3.4節の実測データからの計算値ではK<sub>2</sub> = 0.215となった。

円すい円筒形ロータ(図10)は円筒部の半径を式(33)のR<sub>b</sub>に代入すればよい。

その他のロータについては、直円筒形(BMII形# 1、BHII形# 1の各ロータ)は直径が比較的大きいので、端面効果やエッジ効果のため理論計算ができない。また円板形(BMII形# 2、# 3、BHII形# 2~# 6の各ロータ)はもちろん理論計算ができない。しかし生産現場においては、同種のサンプルを温度その他の条件が一定のもとで、異なる機種や他のロータで測定した結果を比較したいことがしばしば起こる。このような場合には第一近似的に各種ロータのずり速度概略値を求めておき、このずり速度を基準にして比較すると有効な知見が得られる。これについては次節で計器定数K<sub>0</sub>を定義したあとで述べる。

表 4-1 単一円筒形粘度計 (BM系) のK<sub>1</sub>、K<sub>2</sub>表

BMII・BLII・RB-85L・TVB-10M・TVB-25Lなど

使用容器：500mlビーカー(内径約85mmφ)

ロータ		#1	#2	#3	#4	BLアダプタ
ずり応力係数K <sub>1</sub>		0.0168	0.0854	0.298	1.29	0.00716
ずり速度係数K <sub>2</sub>	ガード付	0.28	0.285	0.248	0.215	BL(スリーブ) 1.193
	ガード無	0.233	0.259	0.244	0.215	—

表 4-2 単一円筒形粘度計 (BH系) のK<sub>1</sub>、K<sub>2</sub>表

BHII・RB-85H・TVB-10H・TVB-25Hなど

使用容器：500mlビーカー(内径約85mmφ)

ロータ		#1	#2	#3	#4	#5	#6	#7
ずり応力係数K <sub>1</sub>		0.0449	0.119	0.227	0.536	1.06	2.43	8.42
ずり速度係数K <sub>2</sub>	ガード付	0.449	0.297	0.277	0.268	0.264	0.243	0.210

### 5.3.3 粘度と粘度計の校正

ニュートンの粘性法則 $\eta = \frac{s}{D}$  に式(32)および式

(33)を代入すると

$$\eta = \frac{s}{D} = \frac{K_1 \theta}{K_2 N} = K_0 \frac{\theta}{N} \quad (34)$$

$$\text{ここに、} \quad K_0 = \frac{K_1}{K_2} \quad (35)$$

で、 $K_0$ を計器定数 (instrument constant) といい、粘度計機種とこれに組合わされるロータによって決まる定数である。式(34)はまた次のように書ける。

$$\eta = K_N \cdot \theta, \quad K_N = \frac{K_0}{N} \quad (36)$$

$K_N$ は換算乗数 (factor finder、またはmultiplying constant) といい、 $N_{rpm}$ で測定した $\theta$ に $K_N$ を掛けると粘度が求められる。 $K_N$ を $\text{Pa}\cdot\text{s}$ 単位で表わすか、 $\text{mPa}\cdot\text{s}$  ( $10^{-3}\text{Pa}\cdot\text{s}$ ) 単位で表わすかによって粘度は $\text{Pa}\cdot\text{s}$ または $\text{mPa}\cdot\text{s}$ で表わされる。

$K_0$ は粘度計校正用標準液 (JIS Z 8809) を使用して決定する。一般の粘度測定と同じ方法で、 $N_1$ 、 $N_2$ 、 $\dots$ の各回転速度で観測した指示値を $\theta_1$ 、 $\theta_2$ 、 $\dots$ とする。標準液の粘度は既知の $\eta$ であるから、この値から $K_{N1} = \eta / \theta_1$ 、 $K_{N2} = \eta / \theta_2$ 、 $\dots$ を計算する。つぎに $K_{01} = K_{N1} \times N_1$ 、 $K_{02} = K_{N2} \times N_2$ 、 $\dots$ を計算し、 $K_{01}$ 、 $K_{02}$ 、 $\dots$ の平均値 $K_0$ を求める。この $K_0$ が校正された計器定数である。計器付属の説明書に記載されている各回転速度の換算乗数は $K_0/N$ の計算値である。すでに使用中の粘度計の定期検査においてもこの方法で校正することができる。JIS K 7117-1

(解説)による方法は、校正しようとする粘度計の指示値がフルスケールの50%~95%に入る粘度計校正用標準液を選定して検査・校正する方法で一般に用いられている。標準液の温度管理が重要となる。

B II形粘度計はユーザーによるゼロ及びスパンの補正ができない。最近開発されたRB-85・TVB-10/15・TV-25及びTV-35シリーズの粘度計は、ユーザーによるゼロの補正、スパンの補正ができる。粘度計校正用標準液を使用してゼロ及びスパンを補正することによって完全な校正が可能となった。

実際の校正に当たっては各粘度計の取扱説明書を参

照されたい。本項ではその考え方を示す。(図11参照)

- ① まず校正する機種と使用するロータに適した粘度計校正用標準液を用意します。
- ② 標準液の温度の安定を待ち、温度が安定したら測定に入ります。(温度は $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 以内が好ましい。)
- ③ 測定値が粘度計指数10~100%の範囲に広く分散するような、3~4点の回転速度について粘度測定をします。
- ④ 標準液の測定温度の粘度を換算乗数 $K_N$ で除して基準値 (%) を計算する。
- ⑤ 測定した結果を一次回帰計算 (統計計算機能付電卓、パソコンの表計算ソフトの「グラフ作成」等で行える) によって下記のa、bを求めこれをキー設定すればよい。

a : ゼロ点 (符号を逆にした “- a” がゼロ点補正值となる)

b : 実測線の勾配

$b_0$  : 基準線の勾配 ( $b_0/b$ がスパン補正係数となる)

- ⑥ 東機粘度計用シリコーン校正用

粘度計校正用標準液は温度による粘度変化が大きく粘度計校正時における温度制御が困難なケースが多く見られます。

シリコーン校正液は標準液に比較して温度粘度係数が約1/6~1/8と小さくまた600ml入り容器のまま使用できる等取扱いが簡便である。SC100 (M1ロータ校正用) とSC2000 (H2ロータ校正用) の2種類を当社で販売している。シリコーン校正液を使用する場合は、安定した室温下で長時間放置し、その液温を測定して表 (0.1 $^\circ\text{C}$ ごとの温度-粘度表) から基準粘度値を求め校正する方法が簡便である。

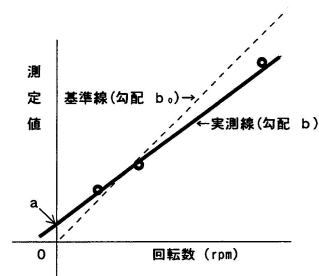


図 11 RB-85・TV-25ゼロ・スパン調整

### 5.3.4 ずり速度の近似値

5.3.2節に述べたように、B形粘度計の各種ロータのほとんどはずり速度を理論的に計算できない。そこで近似法でその概略値を求める。まず、第一近似として式(32)からずり応力係数 $K_1$ を計算する。つぎに、式(35)を書きかえて

$$K_2 = \frac{K_1}{K_0} \quad (37)$$

とし、上に計算した $K_1$ と計器定数 $K_0$ からずり速度係数 $K_2$ を求めるのである。この $K_2$ はロータの端面効果やエッジ効果およびガードの有無などの条件を含んだ実際的な値とみなせる。B形粘度計の主な機種に組合わされた各種ロータの $K_2$ を前掲表4-1、4-2に示す。

実際に、ある高分子溶液を同一条件でBMⅡ形#1ロータと#2ロータとで測定したデータと粘度計算値を表5に掲げる。この測定では、1.5・3 および 6rpmは両方のロータで測られ、得られた粘度は同じ回転速度では6~8%の差がある。しかし両ロータのずり速度近似値を表5から計算し、図12のように粘度ずり速度の両対数グラフを作図すると、各点はほとんど一直線上に乗ることがわかる。表5のDと $\eta_a$ （見掛け粘度）のデータをべき乗回帰分析し、回帰方程式を求めると

$$\eta_a = 1,237 D^{-0.463}, \quad (\text{mPa}\cdot\text{s})$$

が得られる。 $-0.463 = n - 1$ であるから、 $n = 0.537$ で、式(22)より流動方程式は

$$s = 1.237 D^{0.537}, \quad (\text{Pa})$$

となる。

表5 高分子溶液の粘度計測データ (TVB-10M形粘度計、ガードなし、サンプル温度20℃)

	rpm	D (s <sup>-1</sup> )	$\theta$	Kn	$\eta$ (mPa·s)
#1ロータ	0.6	0.14	25.4	120	3,050
	1.5	0.35	42.7	48	2,050
	3	0.70	62.5	24	1,500
	6	1.40	88.3	12	1,060
#2ロータ	0.6	0.16			
	1.5	0.39	8.6	220	1,892
	3	0.78	12.7	110	1,400
	6	1.55	18.2	55	1,000
	12	3.11	26.2	27.5	720
	30	7.77	43.6	11	480
	60	15.5	63.6	5.5	350

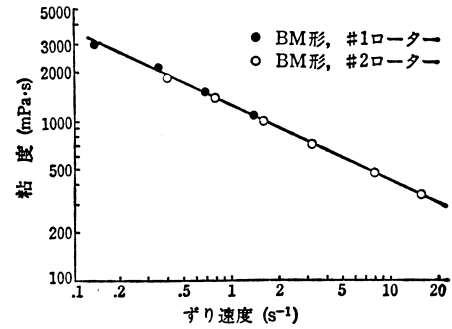


図12 粘度-ずり速度グラフ (高分子溶液、20℃)

5.3.2および5.3.4節で計算したずり速度はいずれもニュートン性液体を仮定している。表4-1及び表4-2の $K_2$ を非ニュートン性液体に適用するときは”見かけ”のずり速度である。単一円筒形回転粘度計によるずり速度は非ニュートン性の液体の理論的な解析には適さない場合が多い(5.4参照)。非ニュートン性の解析を必要とする場合は、円すい平板形粘度計を用いることをすすめる。(円すい平板形粘度計で測定した粘度よりやや高めになることが多い。)

### 5.4 ロータの端面効果

共軸円筒形回転粘度計を使用して観測したデータを解析する場合、トルク（指示値 $\theta$ に比例）は円筒形ロータの側面に働く粘性摩擦抵抗だけを考え、円筒の上、下の端面による影響、すなわち端面効果は無視することが多い。

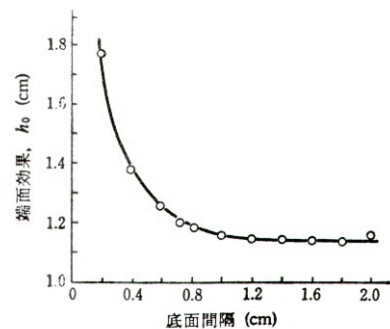


図13-1 ボブ・カップ底面間隔と端面効果の関係

しかし実際には、端面効果は場合によっては無視できないほど大きいケースがある。一般に、端面効果を考慮するときはロータの実際の浸液長 $h$ に端面効果と等価の $h_0$ を加えた有効長 (effective length)  $h^*$ が採用される、すなわち

$$h^* = h + h_0 \quad (38)$$

を  $h$  の代わりに使うのである。

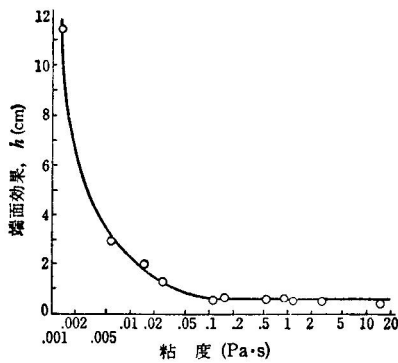


図 13-2 粘度による端面効果の変化 (クリアランス0.18cm)

- 端面効果についてはリンズレー (C. H. Lindsley) とフィッシャー (E. K. Fischer) の詳細な研究<sup>6)</sup>がある。彼らはストーマー粘度計に、多種類の共軸円筒形のカップとボブを試作して組合せ実験した。粘度計にこの旧式の種類を使ったのは47年前としては止むをえなかったであろう。彼らの綿密な実験結果を要約すると、
- (1) カップとボブとのクリアランス、ボブの浸液長、サンプル粘度にもよるが、普通  $h_0/h$  は15~30%である。
  - (2) ボブの下端面とカップの底面との間隔が小さいほど端面効果は大きい。間隔が1cm以上では一定値となる。図13-1はカップ： $R_c=1.746\text{cm}$ 、ボブ： $R_b=1.566\text{cm}$ 、 $h=2.00\text{cm}$ を使って両底面間隔を0.2~2.0cmまで変えたときの端面効果の変化を示したもので、端面効果は間隔1cm以上で一定値となり、このときの  $h_0/h$  は約55%である。
  - (3) ボブの上端面は液の自由表面より5mm以上沈んでいれば一定値となる。上端面をこの程度深くすることはまた、揮発性の強いサンプルを測定するとき液面が時間とともに低下するにつれて端面効果変動するのを最小に止めるのに役立つ。
  - (4) 端面効果はボブの下端面の方が上端面よりも大きい。上端面の効果が小さいのはボブの上方にある液が比較的大きい自由度をもっているからである。
  - (5) ボブの下端面が開放形 (open) でも閉鎖形 (closed) でも、端面効果は実質的にはほぼ同じである。
  - (6) カップとボブのクリアランスが大きいほど端面効果は大きく、クリアランス一定のときはボブの半径が大きくなるほど大きい。これはクリアランスが大きいほど、またボブ半径が大きいほど、液体

内の流れの乱れが発生しやすくなるためであろう。

- (7) 端面効果の粘度による影響については、液の粘度が  $0.1\text{Pa}\cdot\text{s}$  (1P) 以上では効果はほとんど一定である。しかし粘度が低いときは端面効果は急激に大きくなる。また、ボブ・カップ間のクリアランスが大きくなるほど、粘度の減少による端面効果の増加の割合は急激になる。これは(6)項と同様に、低い粘度では回転するボブの端面が両円筒間にある液体の層流流動を干渉するという仮定を立てることによって説明できる。図13-2は、カップ： $R_c=1.746\text{cm}$ 、ボブ： $R_b=1.565\text{cm}$ 、 $h=3.53\text{cm}$ の組合せで液の粘度を  $0.0017\text{Pa}\cdot\text{s}$  まで変えたときの端面効果を示したものである。粘度  $0.1\text{Pa}\cdot\text{s}$  以上では端面効果  $h_0=0.6\text{cm}$  一定となっており、 $h_0/h$  は17%である。

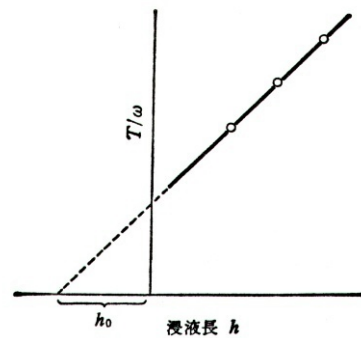


図 13-3 端面効果  $h_0$

上述のように、端面効果は一般に無視できないほどの大きさで、これを消去するために若干の試みがなされているが、多くは失敗に終わっているか実際のでない。例えば、クエット粘度計 (図3) では成功しているが、測定後の清掃、再調整が容易でない。

しかし、工業的には、あるいは実際的な使用の面からは5.3.3節で説明したような粘度標準液による校正法が便利で実用上は十分である。この方法で決定した計器定数は計器固有の定数、カップとボブの形状・寸法その他すべての要因と端面効果を含めた値である。

端面効果  $h_0$  を実験的に決定する方法<sup>3)</sup>もよく使われる。これは液内に漬っているロータの高さ  $h$  の値を数通り変えて角速度  $\omega$  とトルク  $T$  を測定する方法である。データを  $T/\omega - h$  についてプロットし (図13-3)、この線を延長して  $T/\omega=0$  のときの  $h$  の値を外挿で求める。  $h$  軸を切る点は負の値になり、プロットが直線



表 7 BHII・TVB-10H・TVB-25H・RB-85H形粘度計補正係数表 (ガードなし及びトルビカ)

ロータ 番号	H 1		H 2		H 3		H 4		H 5		H 6		H 7	
	有	無	有	無	有	無	有	無	有	無	有	無	有	無
500ml ビカ	1.00	1.03	1.00	1.01	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
500ml トルビカ	-	0.84	-	0.96	-	0.99	-	1.00	-	1.00	-	1.00	-	1.00
300ml トルビカ	-	-	-	0.86	-	0.955	-	0.98	-	0.99	-	1.00	-	1.00

### 5.6 小量サンプルアダプタ

単一円筒形回転粘度計の主な短所と言えば、試料の量が多いこと（標準500ml）と、ずり速度が確定できないことにある。これに対応するために小量サンプルアダプタがある。ロータの種類により異なるが、2～12mlの試料で測定が可能である。

また、試料が少ないことにより、ホットメルト接着剤（JIS K 6862）・アスファルトの粘度（JPI-5S-54-99）等の高温（250℃以下）での測定が比較的簡単に実施できる。ロータは図10のような円すい円筒ボブを採用しており、共軸二重円筒形粘度計に近い構造をもっていることから理論式と実際のデータが近くほぼ満足できる。

### 5.7 T-バーステージ (TS-20形)

ペースト、マヨネーズ、印刷インキ、クリーム、ワックス、ゲル、合成樹脂中間品などのような流動性のない高粘稠性物質（粘度上限  $1.6 \times 10^5 \text{Pa}\cdot\text{s}$ ）・塑性流動物質（高降伏値）・チクソトロピー物質・粒子の大きな固形物を含む液を回転粘度計の標準付属ロータで測定すると、ロータとサンプル間に空隙ができたり、ぬれ性不足による滑りが生じて、安定した測定が得られないことがあります。このようなサンプルをT-バーステージと組合せて測定することにより、安定した粘度測定を行うことが可能となります。T-バーステージは、T-バーステージ本体と6種類のT-バースピンドル・オモリを組合せたセットです。

粘度の測定は粘度計に取付けたT-バースピンドルを低速で回転させると同時に、容器に入ったサンプルを上昇させながら測定を行います。（図14参照）この測定方法によりT-バースピンドルはらせん状の軌跡を描き、常に新鮮な部分のサンプルを測定します。T-バーステージは、サンプルに①不要なずり変形を与えず、②滑りを防止し、③空隙を防止するなどにより安定した粘度測定を可能とします。チクソトロピー性やレオペキシー性を有するサンプルにも最適で、製造工程中の粘度管理、品質管理に適している。

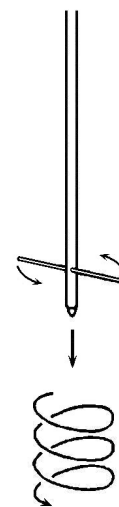


図 14-1 T-バーによる測定

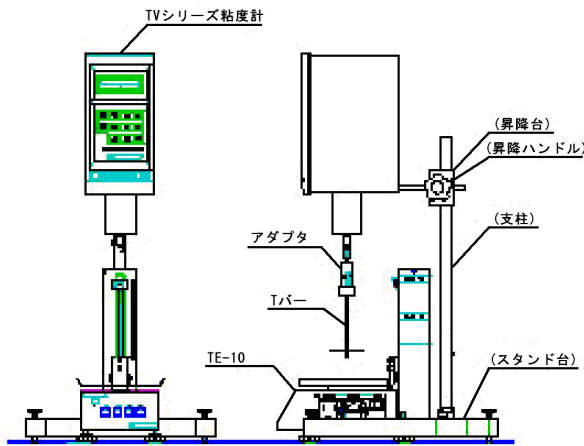


図 14-2 TV形シリーズ粘度計と組合せた例

### 6. 円すい-平板形回転粘度計

JIS Z 8803及びISO 3219 (JIS K 7117-2) に記載されている粘度計で接液部は図15のようなコーンロータ (円すいロータ) とプレートから成っている。サンプルはコーンとプレートの間に充填される。コーン面とプレートとの間の角度を $\varphi$  (radian) で表し、コーン角と呼ぶことにする。 $\varphi$ は一般に0.005~0.05 (0.3°~3°相当) のものが用いられており、サンプル量は普通1ml以下の少量である。コーンの回転角速度を $\omega$ とし、サンプル内の回転軸より $r$ の距離にあるずり速度を計算すると

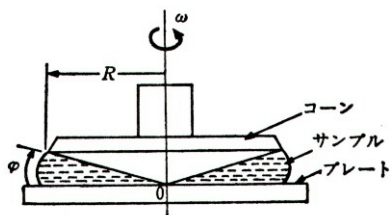


図 15 コーン・プレート形粘度計

$$D = \frac{r \text{ 点の線速度}}{\text{プレート面より } r \text{ 点までの距離}} = \frac{r\omega}{r \sin \varphi}$$

$$D = \frac{\omega}{\sin \varphi} \doteq \frac{\omega}{\varphi} \quad (40)$$

上式において、 $\varphi$ は小さい角度であるから、 $r$ 点と0点を結ぶ直線とプレート面とのなす角を $\varphi$ に近似し、また $\sin \varphi \doteq \varphi$ とした。この近似が成立するのは

$\varphi \leq 0.052$  (3°相当) の場合である。

式(40)によると、ずり速度 $D$ は回転各速度 $\omega$ と角度 $\varphi$ のみに関係しサンプル内の点( $r$ )に無関係である。

すなわち、 $D$ はサンプル内で均一で角速度 $\omega$ と角度 $\varphi$ のみに依存し、サンプルに関係なく独立変数である。この点が共軸円筒形と違うところで、このことからコーン・プレート形は非ニュートン性液体の粘性測定に最も適している。

式(40)を回転速度 $N$ について書き代えると

$$D = \frac{2\pi N}{60} \cdot \frac{1}{\varphi} = \frac{0.1047}{\varphi} \cdot N = K_2 \cdot N \quad (s^{-1}) \quad (41)$$

$K_2 = 0.1047/\varphi$   $K_2$ : ずり速度係数

つぎに、コーン面に働く粘性摩擦トルク $T$ を計算する。コーン面上で回転軸より $r$ と $r + dr$ の距離にある巾 $dr$ のリングを仮想する。このリングに作用するトルク $dT$ は

$$dT = 2\pi r \cdot dr \cdot r \cdot s = 2\pi r^2 s dr$$

$r$ をコーン半径0から $R$ まで積分すると

$$T = 2\pi s \int_0^R r^2 dr = \frac{2\pi R^3}{3} \cdot s$$

これよりずり応力は

$$s = \frac{3T}{2\pi R^3} = \frac{3k\theta}{2\pi R^3} = K_1 \cdot \theta \quad (Pa) \quad (42)$$

$K_1 = 3k/2\pi R^3$   $K_1$ : ずり応力係数

となる。なお、式(42)は円板形ロータの端面に働くずり応力と同じ式である。

式(41)と(42)をニュートンの粘性法則に適用すると

$$\eta = \frac{s}{D} = \frac{3k\varphi}{0.2094\pi R^3} \cdot \frac{\theta}{N} = \frac{K_1}{K_2} \cdot \frac{\theta}{N} = K_0 \cdot \frac{\theta}{N} = K_N \cdot \theta \quad (43)$$

ここに、 $K_0 = 3k\varphi/0.2094\pi R^3$   $K_0$ : 計器定数

$$K_N = K_0/N \quad (44) \quad K_N: \text{換算乗数}$$

が得られる。

RE-85形粘度計・RE-215形粘度計・RE-215SR形粘度計・TVE-25形粘度計及びTVE-35形粘度計・TPE-100形粘度計は国内で多く使用されているE形粘度計の後継機種である。主なコーン・プレート形粘度計を図16に示す。これらの粘度計の4機種の計器定数を表8に挙げておく。



図 16-1 E形粘度計 (販売中止)



図 16-4 TVE-25/35形粘度計



図 16-2 RE-85形粘度計

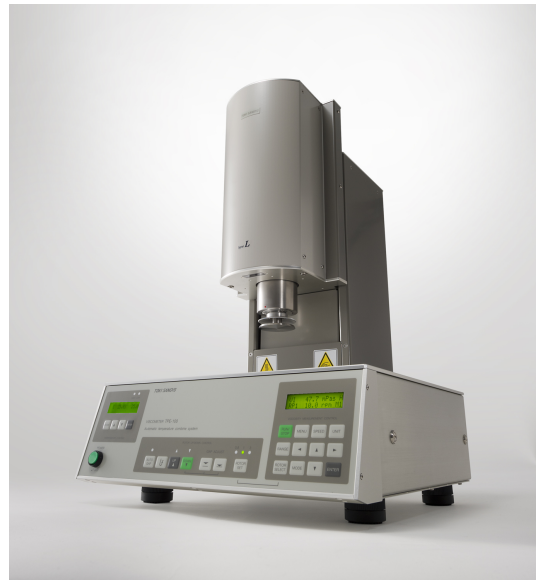


図 16-5 TPE-100形粘度計



図 16-3 RE-215/215SR形粘度計



表 8 主な円すいー平板形回転粘度計 K<sub>0</sub>、K<sub>1</sub>、K<sub>2</sub>表

機種 (レンジ)	※-M			※-H			※-R			※-U		
フルスケールトルク	67.37( $\mu\text{N}\cdot\text{m}$ )			718.7( $\mu\text{N}\cdot\text{m}$ )			1437.4( $\mu\text{N}\cdot\text{m}$ )			5749.6( $\mu\text{N}\cdot\text{m}$ )		
コーン角度 $\phi$	48'	1°34'	3°	48'	1°34'	3°	48'	1°34'	3°	48'	1°34'	3°
コーン半径	2.4(cm)		1.4(cm)	2.4(cm)		1.4(cm)	2.4(cm)		1.4(cm)	2.4(cm)		1.4(cm)
ずり応力係数K <sub>1</sub>	0.0233	0.0233	0.1172	0.248	0.248	1.251	0.497	0.497	2.50	1.986	1.986	10.00
ずり速度係数K <sub>2</sub>	7.50	3.83	2.00	7.50	3.83	2.00	7.50	3.83	2.00	7.50	3.83	2.00
計器定数 K <sub>0</sub>	0.00311	0.00608	0.0586	0.0331	0.0648	0.626	0.0663	0.1298	1.250	0.265	0.519	5.00

[注] K<sub>1</sub>の単位はPa (10dyn/cm<sup>2</sup>)、K<sub>2</sub>の単位はs<sup>-1</sup>、K<sub>0</sub>の単位はPa·s (10P)。

[注] TVE-2.5L・TVE-3.5L形粘度計はマルチレンジとなっておりK<sub>1</sub>及びK<sub>0</sub>が※-Mの2.5倍・5倍の測定ができる。

## 6.1 コーン・プレート形粘度計の特長

- (1) ずり速度がサンプル内で均一で、理論上回転角速度とコーンの角度のみに関係するから、非ニュートン性液体のレオロジー測定に適している。
- (2) ずり応力が理論式で計算できる。
- (3) 端面効果やエッジ効果がなく(1)(2)項の特長と合わせてレオロジカルなデータの理論的解析が可能である。(ISO 3219、JIS K 7117-2 対応)
- (4) サンプル量は1ml以下の少量でよい。
- (5) したがってサンプルの温度制御が容易で、所定温度に短時間(普通1分以下)で到達する。
- (6) ずり速度係数が回転円筒形に比べて数倍大きいから高いずり速度が得られる(RE-215形の最高ずり速度は $2 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$ 程度)。これは実際作業のずり速度(8節参照)での粘度を測定するのに適している。又、ばね緩和測定(RE-215SR形)により $10^{-0} \sim 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の超低ずり速度の測定によりレベリング・タレ性の評価が可能。
- (7) 粘度計校正用標準液(JIS Z 8809)で簡単に直接校正が可能で、粘度測定トレーサビリティ体制が確立できISO 9000関連の測定機器として使用しやすい。
- (8) 高速回転ではサンプルによっては遠心力のため外側に押し出され、コーンとプレートとの間のサンプルが規定量より少なくなるという現象が起こることがあるので注意を要する。
- (9) 接液部の構造上コーンロータとプレートのギャップより大きい粒子のスラリー等では測定が困難である。

(10) 測定温度によってコーンロータとプレートのギャップが変化するので注意を要する。

## 6.2 オプション機能

コーン・プレート形粘度計は、理論的な解析が可能であることをはじめ、微量サンプルなど、多くの特色からB形粘度計をはじめとする、単一円筒形回転粘度計に替わって幅広い部署で使用されている。

しかし、測定温度の変更によるギャップ再調整・大きな粒子では測定が困難・溶剤の揮発などによる濃度変化を受けやすいなどの問題が生ずる。これらの問題点に対応すべき主なオプション機能がある。

### 6.2.1 ソルベントトラップ装置

揮発性の強いサンプルを測定する目的で開発されたもので、一部の追加加工をすることによって簡単に取り付けることができる。その構造と使用した例を図17に示す。(対応機種RE-85シリーズ・RE-215シリーズ・RE-215SRシリーズ)

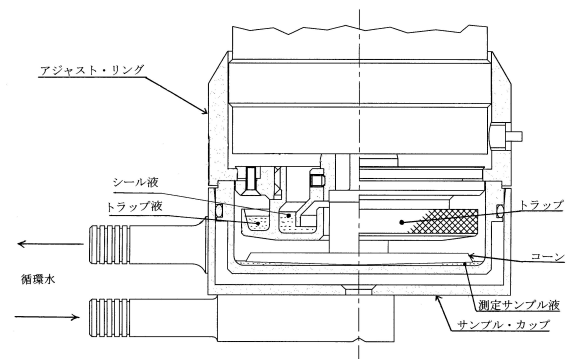
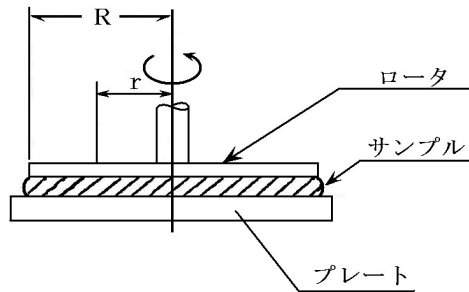


図 17 ソルベントトラップ

### 6.2.2 SPPロータ (特殊ミゾ付平行平板形粘度計)

この装置は、溶剤ペースト用に開発されたもので、 $20\sim 50\mu\text{m}$ 程度の粒子を含む、ペースト状サンプルの測定に適している。その構造を図18に示す。



SPPロータ・プレート

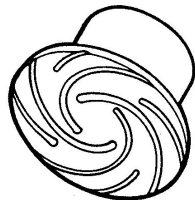


図18 SPPロータ

この装置は粒子径が大きいサンプル以外にゲル状のサンプル（降伏値が大きく、接液部がスベリを生じやすいサンプル）の測定にも適している。

この装置はロータとプレートのギャップを約 $380\mu\text{m}$ にセットすることで、 $3^\circ\times R9.7$ コーンロータと同一の $K_1\cdot K_2$ となる様に設計された平行平板形粘度計と言える。コーン・プレート形粘度計全機種に対応できる。

### 6.2.3 高粘度対応のコーンロータ

表8に低粘度対応として $48'\times R24$ コーンロータ及び高粘度用として $3^\circ\times R14$ コーンロータの係数を示した。最近、電子材料やセラミックスラリー等が高粘度化しており、ペースト状・軟膏状のサンプルなどにも対応できる高粘度測定用コーンロータを用意している。

《測定粘度範囲の比較》

- $48'\times R12$ コーンロータ ( $1^\circ34'\times R24$ の約4倍)
- $1^\circ34'\times R12$ コーンロータ ( $1^\circ34'\times R24$ の8倍)
- $3^\circ\times R24$ コーンロータ ( $1^\circ34'\times R24$ の約2倍)
- $3^\circ\times R17.65$ コーンロータ ( $1^\circ34'\times R24$ の約5倍)
- $3^\circ\times R12$ コーンロータ ( $1^\circ34'\times R24$ の約15倍)
- $3^\circ\times R9.7$ コーンロータ ( $1^\circ34'\times R24$ の約30倍)。

## 7. 層流と乱流<sup>1)</sup>

回転粘度計で粘度測定を行うときは、5.2節の仮定2により液体が層流状態であることが条件の一つである。層流とは液体内に、流動方向に平行な多くの薄層を仮定したとき、各層が常に平行に移動している状態である。粘性はこれらの各層間の内部摩擦によるものと考えることができる。ずり速度（あるいは回転速度）がある限界以上に増大すると、層流が崩れて乱流になり、液体内に多数の渦が発生する。この状態では内部摩擦が層流以上に増大し、粘度計で観測されるトルクは同じずり速度でも乱流の方は大きくなる。その結果、液体の流動曲線は図19の流動曲線のようにずり応力軸の方に曲がり、流動特性をダイラタントと誤認する恐れがある。

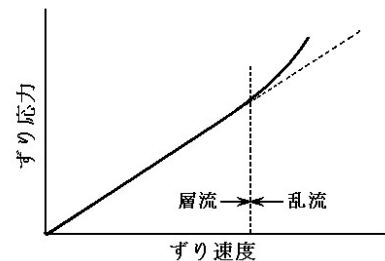


図19 粘性流体の流動曲線

回転する同心円筒間の流れを見たものが次の図20である。図20-1 a に示すように、二つの同心円筒の間に水を入れて外側の円筒を固定しておいて、内側の円筒をその軸のまわりに一定の角速度でゆっくり回転させる。中の水は内側の円筒の回転に引きずられて回転を始める。しばらくすると、水は円筒の面に沿って水平方向に一定の角速度で回転する。内側の円筒に接している水は円筒にくっついて運動するし、外側の円筒に接している水は静止していなければならないので、水が中心軸のまわりを回る速さは中心軸からの距離によって異なり、内側ほど速く回転することになる。（図20-1 b）

内側の回転速度を徐々に上げていったとき、流れ模様がどのように変化するかを見てみよう。この場合、内側の円筒の回転角速度がレイノルズ数の役目をしている。回転速度がある臨界値（これは、二つの円筒の半径や円筒の長さによって異なる）を越えると、図20-1 c に示したように円筒の面に沿って水平方向に細長い

ロール状の流れが発生する（テイラー渦流）。隣り合ったロール内の流体の回転方向は互いに逆向きになっている。この流れ模様は安定で時間には定常である。図20-2 c' は、この状態に対応する実験の写真である。

さらに、回転速度を上げていくと、別の臨界値のところでは波形に変形し、ほぼ一定の速さで形を変えないで円筒の回転方向に移動する（波動型テイラー渦流）（図20-1 d、図20-2 d'）。

そして、なお回転速度を上げていくと、ついにある臨界値のところでは流れは複雑な乱流状態に移っていく（図20-1 e）。この状態でも、図20-2 e' の写真に見られるように、乱れた流れの中にロール状の構造の影が残っているのが見える。

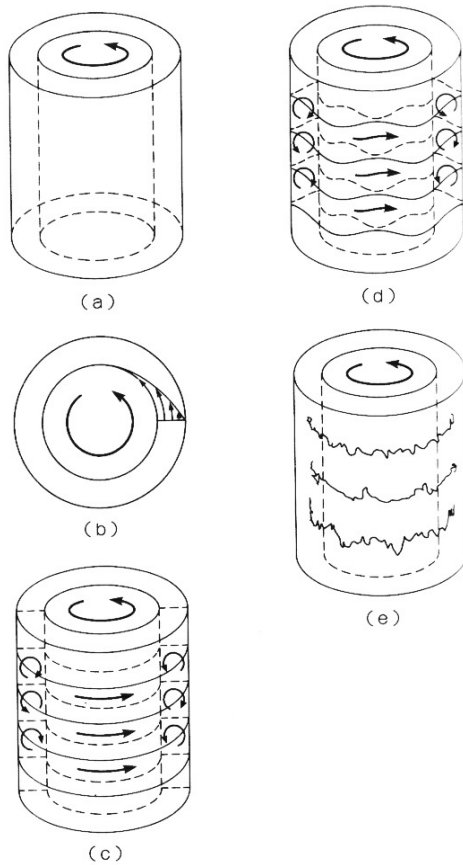


図 20-1 回転同心円筒間の流れ (1)

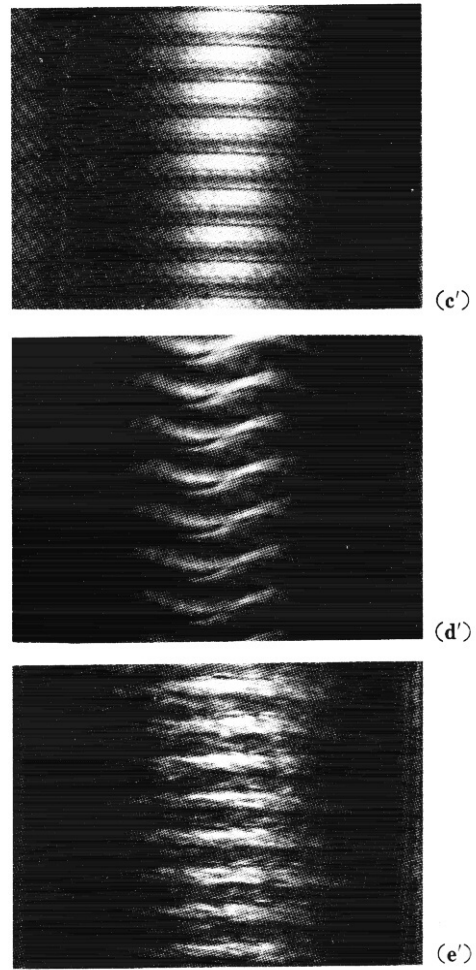


図 20-2 回転同心円筒間の流れ (2) <sup>8)</sup>

B II形粘度計を代表とする単一円筒形粘度計について乱流の発生する条件と粘度領域を求めたものが、次の表9である。この範囲での粘度測定は避けて、他の条件で実施することが望ましい。

表 9 乱流の発生する条件

形 式	ロータ名称	回転速度[rpm]	乱流発生領域
TVB・10M	M 1	6 0	1 5 mPa・s 以下
TVB・10H	H 1	1 0 0	全域乱流
TVB・10H	H 1	5 0	2 0 0 mPa・s 以下
TVB・10R	H 1	1 0 0	4 0 0 mPa・s 以下
TVB・10U	H 2	1 0 0	4 0 0 mPa・s 以下

コーン・プレート形粘度計のレイノルズ数に関しては、共軸円筒形のような式が確立されていないようであるが、RE-2 1 5 L形粘度計で粘度標準液を用いて実測した臨界粘度は表10のとおりであった。

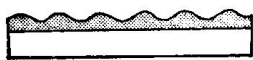
表 10 RE-215 L形粘度計による臨界粘度表

コーン角度	0.8°	1°34'
50rpm	0.8 mPa·s	1.2 mPa·s
100rpm	1.0 mPa·s	1.5 mPa·s

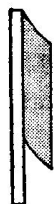
### 8. 実際作業のずり速度

工業において扱われる流体の90%以上は非ニュートン性で、粘度はずり速度依存性をもっている。したがって非ニュートン性液体の粘性測定にあたっては、粘度計の機種、ロータ形状および回転速度を適切に選択しなければならない。これらの要因により測定のずり速度が決まるからである。実際作業のずり速度における粘度値を知ることは実作業中での液の挙動や最適作業条件の決定など生産技術上の問題に深い関連をもっている。

たとえば塗料についていえば<sup>29)</sup>塗装作業のずり速度は $10^4 s^{-1}$ のオーダーであるから、このずり速度における粘度がわかれば作業を効果的に実施できるわけである。一方、塗装が終わってから乾燥までの間におけるレベリング、たれ、たるみ(図21)のずり速度は、塗料に働く力が重力だけであるから $10^{-2} \sim 10^{-1} s^{-1}$ と低いので、高ずり速度を負荷した後の低ずり速度における粘度や降伏値を知ることがこれらの現象を解明するのに役立つ。



(a) レベリング



(b) たれ



(c) たるみ  
(降伏値のある  
場合のたれ)

図 21 レベリング、たれ、たるみ

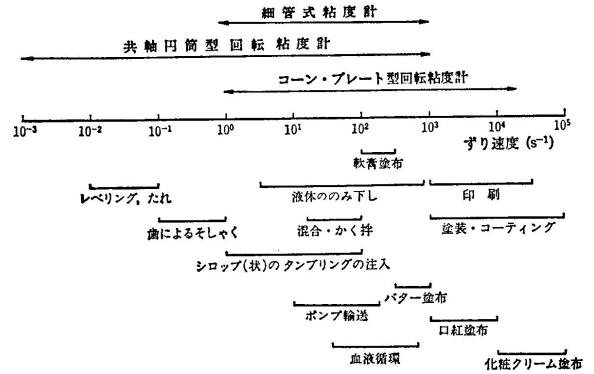


図 22-1 実際作業におけるずり速度

一般に、粘性液体を使う作業のずり速度は図22-1に示す範囲とされている。図の上段は各形式の市販されている粘度計が出し得る一般的なずり速度範囲である。

#### 8.1 実際作業に対応した粘度測定

粘度測定を行う場合、その目的を2通りに大別できる。一つは製造工程における品質管理を目的とするもので、このためには簡便で正確な測定方法が採られる。この場合、製品が実際に使用されるときに粘性挙動は別に研究がなされていて、現場の測定値との関連性が確認されていることが望ましい条件である。もう一つは実際作業を効果的に行うために作業時のずり速度を推測し、そのずり速度における粘性挙動を測定することである。この測定は主として研究室や生産技術部門で行われるものである。印刷の作業性を例にとると、作業ずり速度はローラーの移動速度、紙面との間隔から $10^3 \sim 5 \times 10^4 s^{-1}$ の範囲であることが推定されている。印刷の仕上がり(膜厚、色合い、だれなど)は作業の見掛け粘度や降伏値に関係するから、このずり速度範囲で粘度測定することが必要となる。塗料の粘度制御技術<sup>26)</sup>を考える時、図22-2のレオロジーモデルがある。塗料はそれぞれのずり速度下で理想的な粘度を示すような流動性(粘性)を設計することが必要となる。

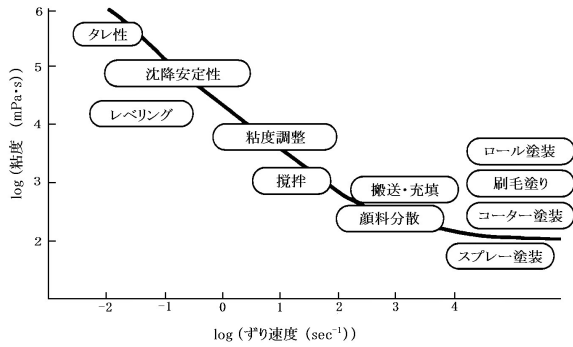


図 22-2 塗料・塗装工程のレオロジーのモデル<sup>26)</sup>

しかし一般に、ずり速度が高くなるほど測定し得る粘度上限値は低くなるので、適当な粘度計を選択するのはなかなか難しく、またこの目的に適した粘度計は高価でもあるので、中間粘度のずり速度範囲の粘度計（たとえばB II形粘度計では $0.1 \sim 50 \text{ s}^{-1}$ 、RE-215形粘度計では $0.2 \sim 1900 \text{ s}^{-1}$ ）で測定したデータから推定できないかという問題が現実起こってくる。

この問題を考えるために、べき乗則に従う非ニュートン性液体の流動特性を考察してみる。見掛け粘度はすでに述べた式(23)の両辺の対数をとると

$$\log \eta_a = \log \mu + (n - 1) \log D \quad (45)$$

となるから、 $\eta_a - D$ のデータを両対数方眼紙にプロットすると直線が引かれる。この関係曲線を外挿すると、Dの任意の値に対するおおよその粘度推定値が得られる。図23は擬塑性の流動特性をもつ塗料の一種をTVE-25H形粘度計（ $D=19.2 \sim 383 \text{ s}^{-1}$ の範囲で測定）とIGKハイシヤレオメータ（ $D=900 \sim 16,360 \text{ s}^{-1}$ の範囲で測定）で取ったデータを両対数プロットしたグラフである。

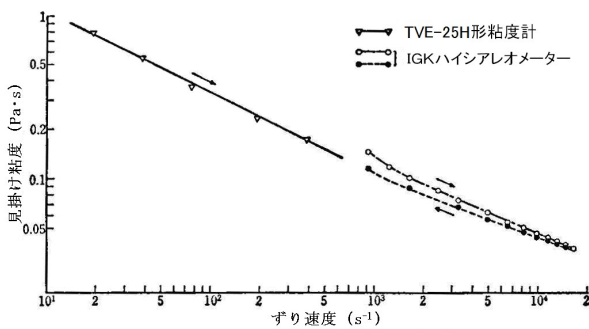


図 23 広範囲の粘度・ずり速度関係図 (サンプル: 塗料)

このサンプルは高分子鎖構造が比較的強いので、広いずり速度範囲にわたって式(25)が成り立っている。この図でハイシヤレオメータでの測定ははじめにおいて粘度が少し高めているのは初期破壊が終わっていないためで、 $2000 \text{ s}^{-1}$ 以上では安定した推移を示し、特に回転速度下降時の関係直線はTVE-25H形粘度計と十分よく一致している。

この例のように中型の粘度計で高ずり速度の見掛け粘度を推定できることがある。

しかし、流動体は必ずしもこのような単調な流動特性を持たず、図24のように非常に広いずり速度範囲では、粘度対ずり速度の対数関係直線が何点かの屈折点を持ち、ずり速度が高くなるほど傾斜が緩やかになる、いわゆるオストワルド (Ostwald) 形流動特性を示すものがある。オストワルド形では、超低ずり速度範囲と非常に高いずり速度範囲においてはニュートン性を示し、その中間では上述のように、ある範囲ごとにずり速度の増加割合に対して粘度の減少割合が小さくなる。後者の現象は構造破壊がある程度進む次第に破壊の度合いが減少してくることを表わしており、ついには単分子液体になってしまうのである。このパターンをもつ物質はむしろ多いので、流動特性未知の物質については一度は広い範囲のずり速度で粘性測定をしておくことが必要である。上述の粘度対ずり速度の対数関係直線をずり速度Dに対して外挿することは一般に、ある限定されたずり速度範囲内では成立する。

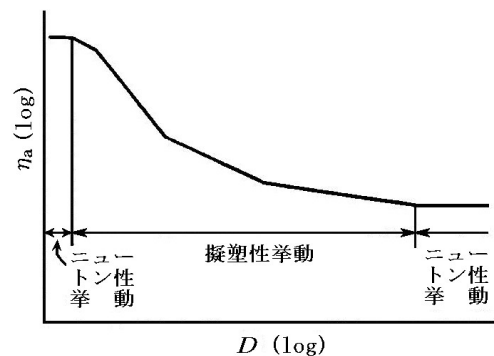


図 24 オストワルド形流動曲線

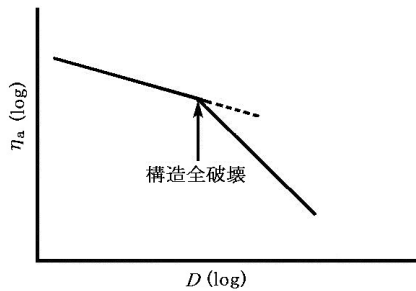


図 25 構造全破壊が起こったときの流動曲線

物質によっては、あるずり速度以上で構造の全破壊が起こる。この時の $\eta_a - D$ の対数関係直線は図25のようである。あるずり速度以上で粘度が急減する。ある種の作業ではこの状態において、かえって作業性が良くなることが知られている。例えば口紅や化粧クリーム・シャンプーなどの塗布とか、ある種のコーティングにおいては構造全破壊の状態でも効果的に作業が行われるのである。なお、図25の流動曲線は滑り(5.2節、仮定(5))が起こったときの挙動と類似しているので注意を要する。滑りは高粘度の塑性体を高い回転速度で測定したときに起こり易く、滑りが起こると粘度計指示が不規則な振れかたをするので、多くの場合識別できる。測定中に検出接液部とサンプルが剥離しているかどうか、測定後のサンプルの状態を観察することが重要である。

また高濃度スラリー・降伏値の大きなサンプルなどは滑りを生じやすい場合が多い。このようなサンプルでは6.2.2図18のSPPロータが有効である。

## 8.2 T I 値 (S T I 値)

図23、図24及び図25から、非ニュートン性物質の粘度は、ずり速度に依存して多様に変化する。JIS K 7117-2「プラスチック—液状、乳濁状または分散状の樹脂—回転粘度計による定せん断速度での粘度測定方法」では、できる限り広く異なったずり速度(4種類以上)で測定し粘度曲線を求める方法を推奨している。

しかし、品質管理などでの粘度測定はある回転速度1点での測定が大半である。粘度のずり速度依存度合は、分子量・添加剤・濃度などの違いによって大きく変化する。従って、1点での測定で得られた見かけの粘度が同じであっても、実際の作業性(レベリング・たれ性・塗布性など)で差異を認めることが多々発生

する。T I 値は2点測定によってこれらの不十分を補う簡単な試験方法である。

一般的には、回転速度を1:10に変化させて、その粘度の比で示す。関係規格にISO 7387-1・ASTM D 2196・JIS K 5101・JIS K 6833・JIS K 6901・JIS R 1652等がある。

T I 値(Thixotropy Index)の名称であるが、粘度の時間的変化現象を意味するチクソトロピー性と混同されている。旧JIS K 7117<sup>1987</sup>ではS V I 値(Structural Viscosity Index:構造粘性指数) ASTM D 2196ではS T I (Shear Thinning Index)と定義している。用語としては、ASTM D 2196のS T I が最適であろうと思われる。

$$T I 値 = \eta_1 / \eta_2 \quad (46)$$

$\eta_1$ : 低い回転速度での粘度

$\eta_2$ : 10倍高い回転速度での粘度

## 9. 降伏値の測定

### 9.1 降伏値

流動体の降伏値はすでに述べたように(2.4節)、流動体に加えられる応力 $s$ が降伏応力 $s_0$ より小さいときには流動は起こらず、 $s_0$ を超えると流動する限界応力である。降伏値は、流動体が静止状態で網目構造

(network structure)を形成していることによるのである。チョコレートは40°C前後のとき流動性が最も大きい、顕著な降伏値を持っているために、加えられていた力が成形後に除かれても重力に抗して形が崩れずに固化する。降伏値をもつ物質にはポマード、化粧クリーム、軟膏、練り歯磨き、バター、粘土ペースト、マヨネーズ、ケチャップ、塗料、印刷インキ、油絵の具などの軟塑性体があり、また血液<sup>10)</sup>、涙液<sup>11)</sup>などの生体分泌液は低粘度であるが降伏値を持っていることが確認されている。

### 9.2 降伏値をもつ液体の流動挙動

降伏値の測定に入る前に、降伏値をもつ液体の流動挙動(flow behavior)について考察する<sup>12)</sup>。回転粘度計におけるビンガム体の流動方程式は既出の式(27)より

$$\eta_{pl} D = s - s_0 \quad (27)$$

ここに、 $\eta_{pl}$ は塑性粘度、 $D$ はずり速度、 $s$ および $s_0$ はそれぞれずり応力と降伏値である。内筒回転の場合は、 $D = -r \, d\omega/dr$ 、また  $s = T/2\pi hr^2$ と表せるから、これを上式に代入すると

$$-\eta_{pl} r \frac{d\omega}{dr} = \frac{T}{2\pi hr^2} - s_0 \quad (47)$$

最大のずり応力は  $r$  が最初のところ、すなわち内筒表面  $r = R_b$  に生じ

$$\max. s = T/2\pi h R_b^2 = s_b \quad (48)$$

である。ただしロータの端面効果は無視する。 $s$ と $s_0$ との関係を次のように三の場合について考える。

- (1)  $s_b < s_0$  のときは最大ずり応力  $s_b$  が降伏値  $s_0$  より小さいので流動は起こらない。すなわち内筒回転角速度  $\omega_b = 0$  である。
- (2)  $s_b > s_0 > s_c = T/2\pi h R_c^2$  のときは、内筒と外筒のギャップ内で応力が  $s_0$  より大きい部分は流動するが、応力が  $s_0$  より小さい部分では流動がない。すなわち、

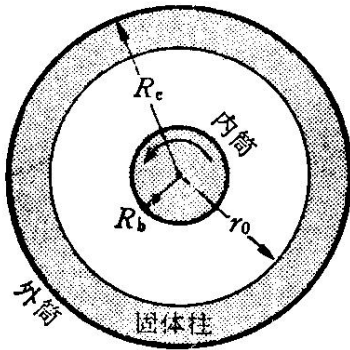


図 26 回転円筒形粘度計内の塑性流れ

図26に示すように  $s_0 = T/2\pi hr_0^2$  を満足する  $r_0$  で流動が無くなり、 $r_0$  と  $R_c$  の間の液体は固体柱となって外筒に固着して静止している。この状態の流動を考えるために式(47)を変形して

$$-\eta_{pl} d\omega = \frac{T}{2\pi hr^2} \frac{dr}{r} - s_0 \frac{dr}{r} \quad (49)$$

上式を積分し、初期条件： $r = r_0$ において $\omega = 0$ 、 $r = R_b$ において $\omega = \omega_{bl}$ を入れると、

$$\eta_{pl} \omega_{bl} = \frac{T}{4\pi h} \left( \frac{1}{R_b^2} - \frac{1}{r_0^2} \right) - s_0 \ln \frac{r_0}{R_b} \quad (50)$$

(3)  $s_c \geq s_0$  のときはギャップ内の液体は全流動状態と

なり、流動方程式は式(49)の積分において初期条件： $r = R_c$ において $\omega = 0$ 、 $r = R_b$ において $\omega = \omega_{bl}$ を入れると

$$\eta_{pl} \cdot \omega_{bl} = \frac{T}{4\pi h} \left( \frac{1}{R_b^2} - \frac{1}{R_c^2} \right) - s_0 \ln \frac{R_c}{R_b} \quad (51)$$

となる。この式はライナー・リブリン (Reiner-Riwlin) の流動方程式として知られている。

上式(2)および(3)のケースにおける回転角速度とずり応力の関係を表わす流動曲線を作ると図27のようになる。

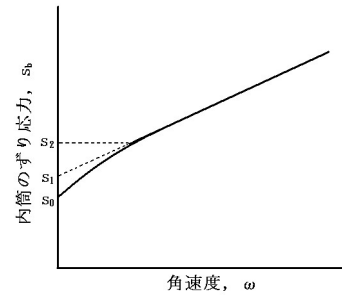


図 27 ビンガム塑性体の流動曲線

降伏値は $s_0$ で、(2)の $s_b > s_0 > s_c$ のケースでは $r_0$ と $R_c$ との間の液体は固体柱となって静止しているので、有効ギャップ幅が小さくなっている。このため式(50)からわかるように、 $r_0$ が変化するとともに流動曲線は応力軸に凸の曲線を描き、 $r_0 = R_b$ において $\omega = 0$ となって曲線は応力軸を切る。この切片 $s_0$ が降伏値である。この $\omega$ の範囲で粘性測定をすると、あたかも擬塑性のような挙動を観測することになる。(3)の $s_c \geq s_0$ のケースではギャップ内の液体は全流動を起し、式(51)より $\omega$ と $s_b$ は線形関係となる。 $s_c = s_0$ のときの $s_b$ を $s_2$ とすると、ずり応力 $s_2$ 以上で流動曲線は直線となってニュートン性に類似の挙動を示す。塑性粘度 $\eta_{pl}$ はこの直線の傾斜から求められなければならない。

さて、図27において、応力 $s_2$ 以上の範囲の直線を外挿して応力軸との交点を $s_1$ とすると、 $s_1$ は見かけ降伏値で、真の降伏値 $s_0$ に対する誤差は  $(s_1 - s_0) / s_0$  である。

### 9.3 降伏値の測定

前節で述べたように、回転粘度計で測定する場合、降伏値は $D \rightarrow 0$ における応力値 $s_0$ である。降伏値の測定方法には直接測定法および流動曲線による方法がある

が、直接測定法の方が真の降伏値に近い値が得られる。流動曲線法は流動曲線を $D \rightarrow 0$ に外挿して降伏値を図上で求めるのであるから、図27の $s_1$ に相当する値で、一般に $s_0$ より高めの降伏値となる。さきに述べたような粘性液体のレベリング、たれ、たるみなどの現象をレオロジカルに解明するには真の降伏値が必要である。しかし製造工程における品質管理上の特性値の一つとして用いるときは相対的な値でよいわけであるから、同一条件で求めた降伏値で十分で、どの方法を採用してもよい。

### 9.3.1 直接測定法

$10^{-3} s^{-1}$  以下のずり速度で降伏値が測定できる回転粘度計は感度や摩擦に関して特別の工夫がなされなければならないので高級な装置となる。

B形粘度計やE形粘度計を使用するときは、次の手順<sup>3)</sup>で測定する。なるべく低回転速度で通常の測定と同様に粘度計を回転させ、指針がある程度偏れたとき、指針をクランプした後モータの回転を止める。次にクランプを放して指針をフリーにし静止する点を観測する。もしサンプルが降伏値をもっていれば指針は零点に戻らず、その手前で静止する。その静止点が降伏点に相当する。ただ、はじめの偏角が大きいと回転部の慣性で行き過ぎることがあるので、チェックのためこの降伏点より数回盛高い点まで手でロータを回して指針をクランプし、ついでクランプを放して再び指針の静止点を読み取る。これらの読み取値のうち高い方の値が降伏点で、これを $\theta_0$ とする。 $\theta_0$ にずり応力係数を掛けると降伏値が求められる。この測定に際しては計器に振動を与えないこと、静止してから数分~10数分間は静置して指針の移動がほとんどなくなった点を読み取るなどの注意を要する。また測定前に計器の摩擦がないことを確認することも必要である。

この方法は指針の静止直前では非常に低いずり速度 ( $10^{-3} \sim 10^{-4} s^{-1}$ ) となるので比較的真に近い降伏値が得られる。これらの手法を応用したのが後述 (9.3.4 節) するばね緩和測定法である。

### 9.3.2 流動曲線による方法

回転粘度計で測定したずり応力  $s$  とずり速度  $D$  のデ

ータをグラフにプロットして流動曲線を作り、この曲線を外挿して $D=0$ 、すなわち応力軸を切る点の応力値  $s_1$  (図27) が見かけの降伏値である。

ビンガム塑性体ではずり応力 $s_2$ 以上で流動曲線が直線になるので、この直線を外挿して比較的正確に $s_1$ を求めることができる。

非ビンガム塑性体 (降伏値をもつ擬塑性) では流動曲線が応力軸に対して凸のカーブを描くので、図上の外挿値は個人差があり、またもちろん $s_0$ より高めである。

### 9.3.3 キャッソン (Casson) 式による方法

Cassonの流動方程式<sup>13)</sup>は次のように表される

$$\sqrt{s} = \sqrt{s_c} + \sqrt{\mu_c D} \quad (52-1)$$

$$\sqrt{\eta_a} = \frac{\sqrt{s_c}}{\sqrt{D}} + \sqrt{\mu_c} \quad (52-2)$$

ここに、 $s_c$ はCasson降伏値、 $\mu_c$ はCasson粘度である。式(52-1)は変数 $\sqrt{s}$ と $\sqrt{D}$ が直線関係にあることを表わしている。したがって図28-1のように両軸をそれぞれ $\sqrt{s}$ および $\sqrt{D}$ にとって、測定データの平方根をプロットすると流動曲線は直線になる。この直線を外挿して $\sqrt{s}$ 軸を切る点が $\sqrt{s_c}$ で、これを自乗すればCasson降伏値 $s_c$ が得られる。

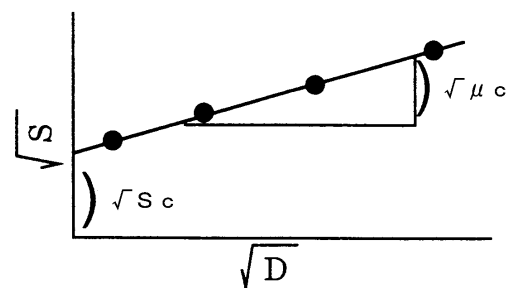


図 28-1 Casson流動曲線

Casson流動曲線は直線となるので外挿法に個人差がない。この方法で求めた $s_c$ も真の降伏値 $s_0$ より高めであるがサンプル間の相対的な物性評価のパラメータとして多く使用されている。又、式(52-2)は(52-1)の両辺を $\sqrt{D}$ で除して変形した式で $\mu_c$ は非常に高いずり



速度 ( $D = \infty$ ) における粘度 (残留粘度) として扱うことができる。このCasson式は塗料、印刷インキ、食品、血液などの分散系によく適合することが知られている。

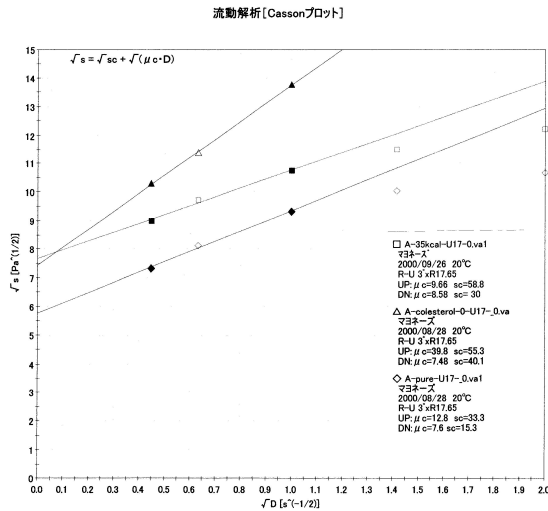


図28-2 マヨネーズのCasson流動曲線

図28-2は後節 (10-2.2) の条件で測定したマヨネーズ類の測定によるCassonプロットである。(図40及び図41関連の図である)



図 29 RE-215 SR形粘度計

9.3.4 ばね緩和測定による方法<sup>19) 20) 21) 22)</sup>

ばね緩和測定法は、円すい-平板形粘度計 (図29 RE-215形粘度計) にサンプルをセット (図15参照) し、コーンロータに接続したバネを一定角度まで巻き上げて、ロックする。

ロックを解除することで、ロータはバネの復元トルクにより駆動する。バネの復元過程での応力変化と時間変化を計測し、パソコンで解析して超低ずり速度下

( $10^0 \sim 10^{-3} s^{-1}$ ) での粘度挙動を求める。図30は、粘度計の指度  $\theta$  (%) と時間の関係図、図31は図30から解析して作図したCassonプロット。このように超低ずり速度での粘度挙動を知ることができる。

前項の定常流測定 (ずり速度上昇・下降測定) で求めたCasson降伏値  $s_{c1}$  (図28-2と比較すると、ばね緩和法によるCasson降伏値  $s_{c2}$  が小さい値を示している。これは、 $s_{c1}$  が比較的大きなずり速度の範囲 ( $\sqrt{D} > 0.4 s^{-1}$ ) であるのに比べ  $s_{c2}$  のずり速度範囲 ( $\sqrt{D} > 0.04 s^{-1}$ ) が非常に小さく、真のずり速度に近いことを意味している。

ばね緩和 [ $\theta - t$ ]

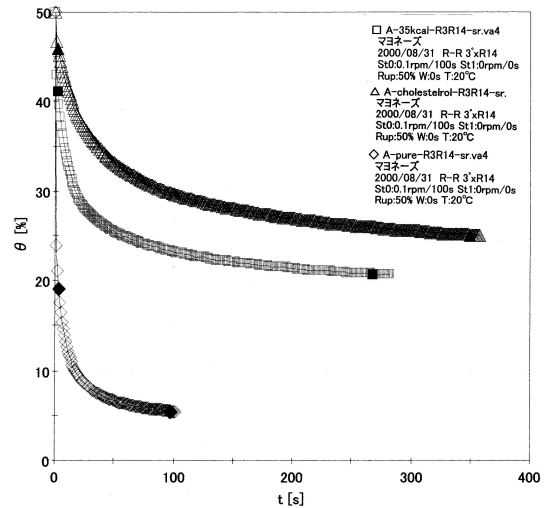


図 30 マヨネーズのばね緩和曲線

ばね緩和 [Cassonプロット]

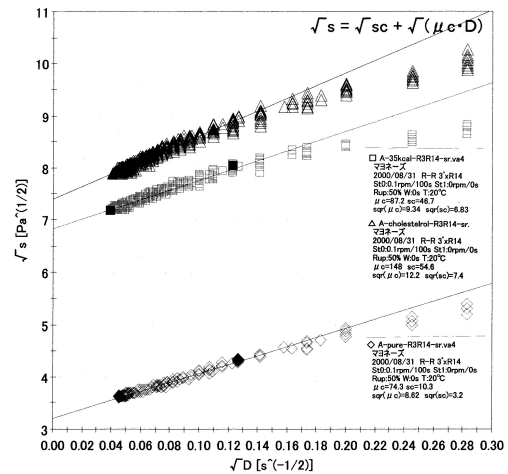


図 31 マヨネーズのCasson流動曲線

### 9.3.5 たれ性（垂れ性）と流動挙動について<sup>2,3)</sup>

塗布作業後の現象で重要な挙動としてたれ性がある。図32のような垂直な基板に塗られたばかりの塗料は重力の影響で下方に流れやすい。この現象をたれ(sagging)という。(図32-1、図32-2参照)

たれを生ずる塗膜と粘性挙動との関係はニュートン性流体としたとき次の関係式がある。

$$D = \frac{\rho g}{\eta} x \quad (53)$$

$$\eta = \frac{\rho g X^2}{2S} t \quad (54)$$

$$v = \frac{\rho g X^2}{2\eta} \quad (55)$$

D : ずり速度

$\rho$  : 塗料の密度

g : 重力加速度

$\eta$  : 粘度

v : 塗料表面のたれ速度

x : 表面から膜内の任意の点の距離

X : 塗膜厚さ

S : 表面のたれ

t : 計測時間

式(53)において塗料が非ニュートン性の場合はDと $\eta$ は互いに独立変数ではないので、 $\eta$ は式(54)より実測値から計算する。

計算例 :

$\rho$  : 1.1g/cm<sup>3</sup>、g : 981cm/sec<sup>2</sup>、X : 0.0076cm

S : 0.8cm、t : 600sec、x : 0.0038cm

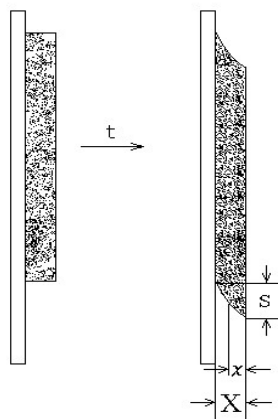


図 32-1

式(54)より

$$\eta = 1.1 \times 981 \times 0.0076^2 \times 600 / 1.6 \approx 23.2 \text{ (P)}$$

式(53)より

$$D = 1.1 \times 981 \times 0.0038 / 23.2 \approx 0.177 \text{ (s}^{-1}\text{)}$$

このようにたれを生じている時のずり速度は低ずり速度領域の挙動である。従って非ニュートン性物質のたれ挙動を評価する場合は低いずり速度の粘度測定が重要となる。

塗料が降伏値 $s_0$ をもっているときは(一般の塗料・インク・接着剤はそうであるが)、図32-2のようなたるみ(slumping)が生じる。たるみではxの部分で水平になっており、毛細管流動の栓流(plug flow)に対応する現象である。(一般にはたれ性としてたれとたるみを区別しない場合が多い。)

この時のずり速度は

$$D = \frac{\rho g}{\eta} X - \frac{s_0}{\eta} \text{ (s}^{-1}\text{)} \quad (56)$$

で表すことができ、 $s_0$ が大きく、 $\rho g X / \eta < s_0 / \eta$ のときは流動しない。(たるみを生じない。)

また、降伏値を有する塗膜のたれ始める塗膜厚さ(たれ限界膜厚)は

$$X_0 = s_0 / \rho g \quad (57)$$

$X_0$  : たれ限界膜厚

$s_0$  : 降伏値 (dyn/cm<sup>2</sup> = 1 / 10 Pa)

となり、たれの挙動を評価する時、塗布剤の降伏値の大きさが重要な評価パラメータとなる。

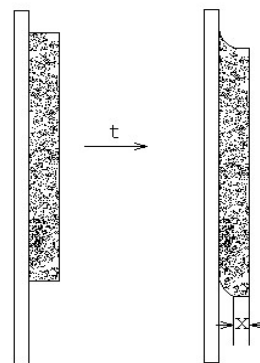


図 32-2

## 10. チクソトロピーの測定

すでに述べたように(4.2.5節)、チクソトロピーは分散系液体にずり変形(shear)をかけたときにおける構造の破壊と回復の不平衡によって起る時間依存性現象である。つまり、ずり変形によって破壊された液体の構造は一定時間経過しないと回復しないので、図33のようなヒステリシスループ(hysteresis loop)を描いたり、図34-1に示す応力緩和曲線を描くのである。これらの特性の測定においては同一サンプルを同じ条件のもとで長い時間連続的に観測するので、回転粘度計が最も適している。

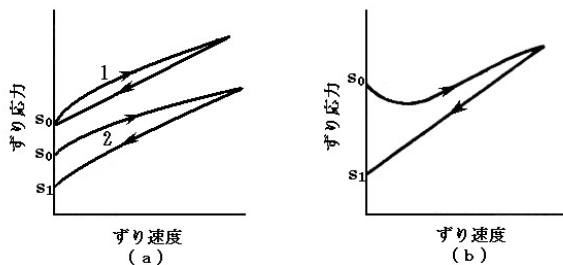


図 33 チクソトロピー・ヒステリシス

ヒステリシスループには図33のように二つの形式がある<sup>3)</sup>。一つは降伏値が測定前後で変わらない形((a)のケース1)、もう一つは構造の回復が比較的緩やかで降伏値は測定前後で異なる形(ケース2)である。極端な場合は図33 (b)のように、はじめの降伏値が非常に大きいものがある。この例は比較的濃厚な無機質サスペンションにみられる。

チクソトロピーは塗料や印刷インキなどのコーティング材料の重要な特性である。この性質をもつ材料のコーティングプロセスをレオロジカルに考察すると、高ずり状態では粘度が低下して流動性が良くなり、刷毛さばきなどの作業を容易にする。コーティング終了直後は急速にほぼ直線的に下降曲線をたどり、低ずり速度において粘度が高くなり固化する。

チクソトロピーの特性を表わす代表的な方式に次の二通りがある。

### (a) 応力緩和法(stress relaxation method)

同一ずり速度(回転速度)で連続的に観測し、粘

度計指示値 $\theta$ (またはずり応力)が時間に対して減少する様子を測定して応力緩和曲線の形からチクソトロピーの特性を決める。

(b) ヒステリシスループ面積法(hysteresis loop area method) ずり速度(回転速度)を一定の割合で上昇・下降させてヒステリシスループを描き、その面積の大小によりチクソトロピーの特性値を表わす。

チクソトロピー性物質はそれ以前に受けたずり変形の履歴に依存する性質が強いので、測定に当たってはあらかじめ一定のエージング(aging)をすることが必要である。例えば攪拌を受けたサンプルを時間を置かずに測定すると、構造が破壊されているために、ずり応力が小さくヒステリシスも小さい。しかし攪拌後ある時間経っているとその間に構造の回復が進むので、ずり応力が増加しヒステリシスも大きくなる。エージングはこの不同性をなくすために行うもので、例えば測定前に粘度計ロータを一定の回転速度で一定回転させてサンプルにずりを与え、条件を同じにするなどの処理をするのである。

また高回転速度から低回転速度の順に測定する(Down- $\tau$ )方法で安定した測定を行えることもある。

## 10.1 応力緩和法

### 10.1.1 時間依存測定

一般的な有段変速式の回転粘度計で容易に測定できる方法である。一定の回転速度で連続的にロータを回転させ、粘度計指示値 $\theta$ を一定時間ごとに読み取るか連続記録させ、図34(a)のように $\theta$ (または $s$ ) -  $t$ (時間)の関係グラフを描く。この曲線が応力緩和曲線である。

図34はハイポリマー液(20°C)をB8M-HM形少量サンプル粘度計、#3ロータで測定したデータから作成した。

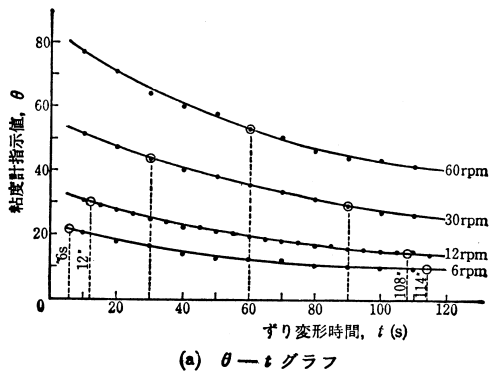


図 34-1 応力緩和曲線：ハイポリマー液 20°C

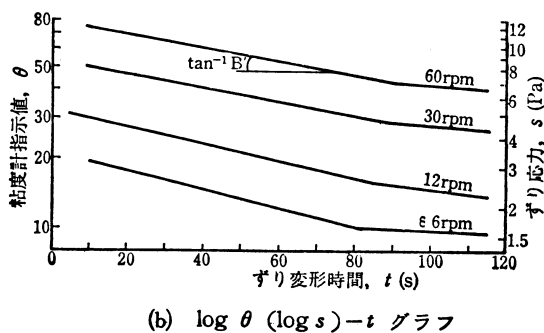


図 34-2 応力緩和曲線：ハイポリマー液 20°C

粘度計機種、ロータ、回転速度、温度その他を同一条件にして応力緩和曲線を作ると、その特性からサンプルのチクソトロピー性の比較をすることができる。回転速度を変えるときはその都度サンプルを取り替えることが望ましい。その理由は初めの回転速度で構造破壊が進展して、次の高い方の回転速度に切り換えたとき、前に受けたずり負荷によって、前の回転速度における最終指示値より低い値なることがサンプルによっては往々あるからである。

チクソトロピー特性を定量的に表わすには、応力緩和曲線をその形から次式のように書く。

$$s = A e^{-Bt} \quad (58)$$

ここに、 $s$  はずり応力、 $t$  は時間、 $A$  および  $B$  は定数である。あるいは対数をとって

$$\log s = A' - B't, \quad B' = 0.4343 B \quad (59)$$

と書けるので、 $\log s$  と  $t$  は直線関係になる。そこで図34(b)のように  $s$  と  $t$  を片対数プロットすると、破壊が平衡状態なるまでは傾斜直線となる。この直線の時間軸に対する傾斜角の  $\tan^{-1} B'$  が

このスケールのグラフにおける定数  $B'$  で、これが応力緩和の指標となる。図34において図上計算した結果は  $B_{6\text{rpm}} = 0.494$ 、 $B_{12\text{rpm}} = 0.513$ 、 $B_{30\text{rpm}} = 0.434$ 、 $B_{60\text{rpm}} = 0.411$  となり、平均値をとると  $B = 0.463 \pm 0.048$  が得られる。なお、式 (58) および (59) を満足する  $B$  および  $B'$  の真値を求めるには前記の  $B$ 、 $B'$  にグラフのスケールファクターを乗算する。

### 10.1.2 有段変速による時間依存測定<sup>2,4)</sup>

前項10.1.1では、同一の回転速度によって測定を実施する。各回転速度毎に、新たな試料を用意することが必要となる。円すい平板形粘度計では試料も少なく、問題を生じないが、単一円筒形では多量の試料を要し、また温度コントロール上にも問題を生ずる。

数値解析は別として、「各試料の相対的な比較」・「チクソトロピー性（またはレオペキシー性）挙動が見られるずり速度やずり負荷時間との関係」・

「10.2.2の測定条件の決定予備テスト」として有用なテスト結果が得られ新しい測定方法である。図35に回転速度を階段状に変速する状態を示す。時間依存性のサンプル（チクソトロピー性またはレオペキシー性物質）では下図のようにずり応力が時間に依存して変化する現象が観察される。図36-1及び図36-2は市販のマヨネーズ類のテスト結果を示す。

回転速度は、0.1, 0.2, 0.5, 1, 2, 5, 10, 20, 50及び100rpmとし、各回転速度—100秒間で上昇・下降するプログラム運転とした。700~800秒(20rpm)で◇(ピュアマヨネーズ)だけがレオペキシー的挙動（時間に依存して増粘していることに着目したい）。

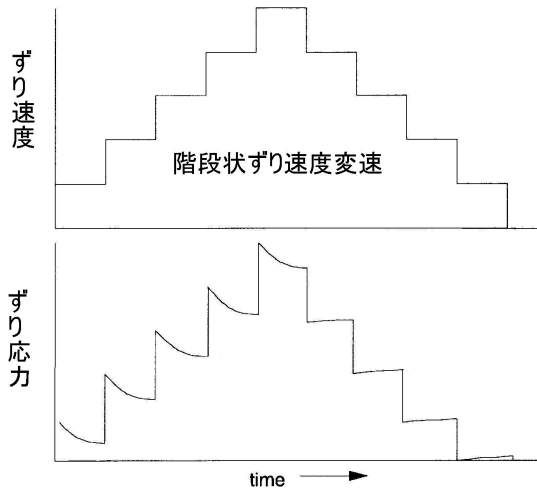


図 35 階段状ずり速度上昇・下降測定

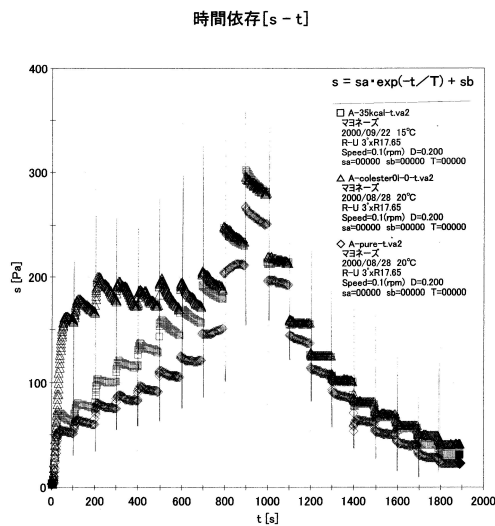


図 36-1 階段状にずり速度を変えた時間依存測定

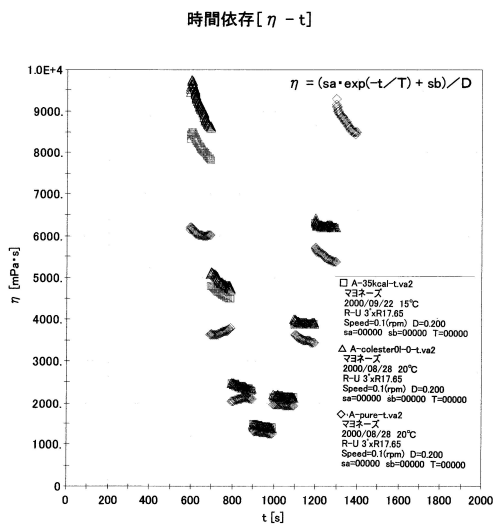


図 36-2 図36-1による時間-粘度曲線

## 10.2 ヒステリシスループ面積法

### 10.2.1 連続変速式回転粘度計による方法

連続変速式回転粘度計は回転速度を任意の上昇割合で所定の最大値まで上昇させ、次いで同じ割合で下降させるようにプログラムを組み、トルクと回転速度のデータを連続的に x-y 記録計に自記させるようになっているので、その記録がそのままヒステリシスループとして使える。

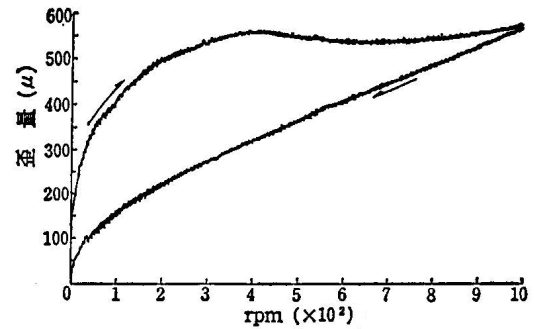


図 37 連続変速式コーンプレート形粘度計で測定したヒステリシスループ

図37は I G K ハイシャーレオメータで測定した化粧クリーム記録である。回転速度は0~1,000rpm ( $D=16,000\text{ s}^{-1}$ ) まで60秒で上昇させ、最高回転速度に達してから同じ時間で0まで下降させている。ループ面積は大きい方であるが、400rpm ( $D=6,400\text{ s}^{-1}$ ) を過ぎた時点でひずみ量(トルクに比例する量)が減少し、構造がほとんど全破壊の状態であることを示している。なお、クリーム塗布のずり速度は  $10,000\text{ s}^{-1}$  以上(図22参照)とされているので、化粧クリームは構造全破壊の状態で塗布されることがわかる。

### 10.2.2 有段変速式回転粘度計による方法(ずり履歴測定法)<sup>24)</sup>

B形粘度計・TVB-10粘度計では回転速度を連続的に上昇・下降させることができないので、そのままではヒステリシスループが求められない。しかし回転速度の上昇・下降のタイムプログラムを作って、数通りのrpmにおける応力緩和曲線からヒステリシスループをプロットする方法<sup>14)24)25)</sup>がある。この方法を図34のデータに適用してみる。まず、上昇・下降速度を例えば1rpm/sと決めて表10のような

タイムプログラムを作る。

表 11 各回転速度における測定時刻のプログラミング

rpm	測定時刻(s)
6	6
12	12
30	30
60	60
30	90
12	108
6	114

この例ではBM-HM形粘度計を使用している

表 12 チクソトロピーのデータ [サンプル：ハイポリマー液、サンプル温度：20℃、BM-HM形、#3ロータで測定]

ロータ 回転速度 N(rpm)	ずり速度 <sup>1)</sup> (s <sup>-1</sup> )	指数値 $\theta$		ずり応力 <sup>2)</sup> (Pa)		換算 乗数	見掛け粘度 <sup>3)</sup> (mPa·s)	
		上昇時	下降時	上昇時	下降時		上昇時	下降時
6	1.68	20.5	9.3	3.34	1.51	96	1,970	890
12	3.36	↓ 29.6	↑ 14.5	4.82	2.36	48	1,420	700
30	8.40	↓ 43.5	↑ 29.0	7.07	4.72	19.2	835	560
60	16.80	52.5		8.53		9.6	504	

- [注] 1) ずり速度  $D=0.28N$  (s<sup>-1</sup>)  
 2) ずり応力  $s=0.1625\theta$  (Pa=10dyn/cm<sup>2</sup>)  
 3) 見掛け粘度  $\eta_a = \text{換算定数} \times \theta$  (mPa·s)

同表ではずり速度、ずり応力、換算乗数および見掛け粘度も計算してある。表12のずり応力とずり速度をグラフにプロットし、ヒステリシスループを描いたのが図38である。

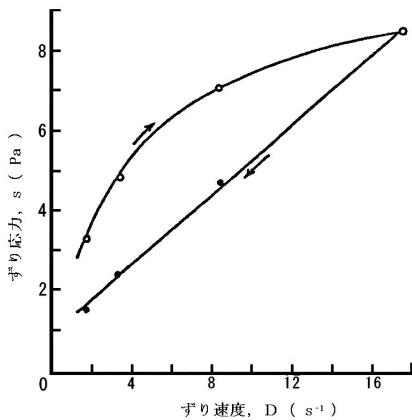


図 38 ヒステリシスループ

ので、回転速度は6→12→30→60→30→12→6としてある。つぎに表11のプログラムに従って図34-1の6rpmの応力緩和曲線上の6秒および114秒に○印を付ける。ついで12rpmの曲線上の12秒と108秒、30rpmの30秒と90秒、最後に60rpmの曲線の60秒にそれぞれ○印を付ける。これらの○印の指示値  $\theta$  を図上で読み取って表示したのが表12である。

このループの面積をずり速度1s<sup>-1</sup>の長さを10mm、ずり応力1Pa(10 dyn/cm<sup>2</sup>)の長さを10mmのスケールファクターで計算すると、6~60rpmまでの範囲では約27cm<sup>2</sup>となる。

各種のデータを同じスケールの図にプロットするとその面積が大きさによりチクソトロピーの度合いを比較できる。ループの面積が大きいほどチクソトロピー性は大きい。図38のグラフにおいて下降曲線を外挿し、D=0における降伏値を図上で求めると約0.81Pa(8.1 dyn/cm<sup>2</sup>)となる。

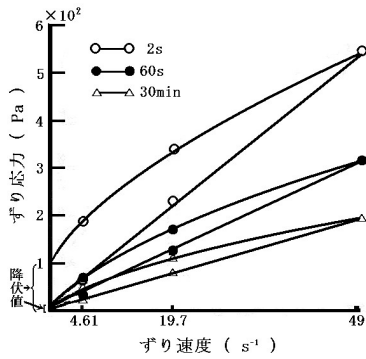


図 39 練乳のヒステリシスループ

有段変速式回転粘度計を使用してヒステリシスループを求める簡略法（階段状ずり速度上昇・下降測定又はずり履歴測定と呼ばれる方法）がある。この方法では一つの回転速度から次の回転速度に切り換える時間を一定にして、低回転速度から高回転速度へ、次いで低回転速度へと順次切り換える。指示値の読み取りは回転速度切り換え直前の値を採る。この方法で練乳のヒステリシスループを、回転速度切り換え時間をそれぞれ2、60秒および30分にして測定した例を図39<sup>5)</sup>に示す。回転速度切り換え時間が2秒の場合は構造破壊の回復が追いつかず破壊のまま1サイクルが終わるので、ループ面積が大きく降伏値が残る。これに対し30分の場合は構造の回復がある程度行われるのでループ面積が小さくなり降伏値も生じない。チクソトロピーは使用機種、ロータ形状、ずり速度などにより大きく影響されるので、所詮は相対的な値が求められるにすぎないから、この簡略法でも条件を同一にすれば、データ相互の比較には十分に有用である。

図40及び図41は前項10.1.2で測定した3種類のマヨネーズ類を下記の条件で測定した結果である<sup>24)</sup>。3種類のマヨネーズ類の特色を知る上で有効な粘度特性値を示している。

使用粘度計 RE-215U、3°×R17.65コーンロータ

回転速度変速条件

回転速度 (rpm) 0.1 ⇔ 0.2 ⇔ 0.5 ⇔ 1 ⇔ 2 ⇔ 5

計測時間 (sec) 100 60 40 40 30 30

⇔ 10 ⇔ 20 ⇔ 50 ⇔ 100

20 20 20 20

※回転速度は低回転より高回転(Upモード)再び低回転へ(Downモード)変速する自動プログラム運転とした。

図40で◇ピュアマヨネーズだけがレオペキシー的挙動が見られる(20、50rpmでDownモードの値の方が大きい)。これは図36-1、図36-2と同一な現象であり、異なった測定でも再現し、この物質の興味ある特性であると考えられる。

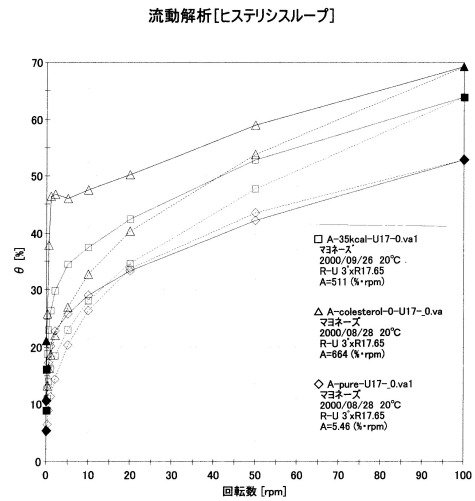


図 40 マヨネーズのずり履歴測定

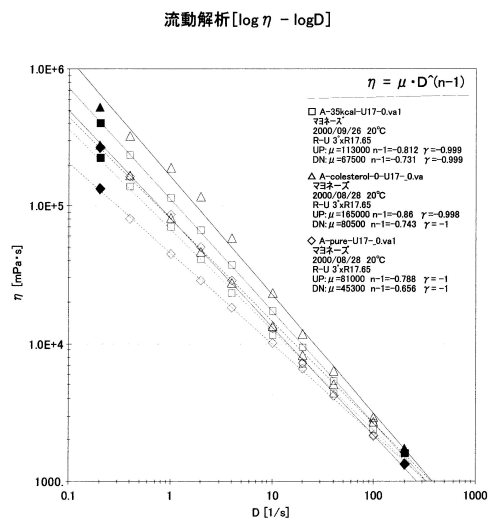


図 41 図40の粘度曲線

### 1.1. 粘度と温度の関係

一般に液体の粘度は温度の関数で、温度が1度上昇すると粘度は5~10%減少するのが普通である。しかし比較的濃度の高いサスペンソイド(suspensoid)、例えば固体成分が50%の粘土-水サスペンションや20%以上のセメントペーストなどは温度依存性が小さい。

それは、SS（浮遊物質）粒子間の機械的相互依存性が優勢であるために、溶媒の水の粘度変化はほとんど無視し得るほど小さいからである。粘度と温度の関係は次のアンドレード(Andrade)の式(アレニウス(Arrhenius)の式ともいわれる)で表わされる。

$$\eta = A e^{B/T} \quad (60)$$

ここに、 $\eta$  は粘度、 $T$  はサンプルの絶対温度

(K)、 $A$  は粘度に関係する定数、 $B$  はサンプルの活性化エネルギーに関係ある定数 $=U/R$ 、 $U$  は見かけの活性化エネルギー(activation energy, cal/mol)、 $R$  は気体定数 $=1.986$  cal/molである。式(60)の対数をとると、

$$\ln \eta = \ln A + B/T \quad (61)$$

$$\text{あるいは } \log \eta = \log A + \frac{B \log e}{T} = A' + \frac{B'}{T}$$

$$B' = 0.434 B \quad (62)$$

となるから、 $\ln \eta$  または  $\log \eta$  と  $1/T$  は直線関係にある。3点以上のサンプル温度で粘度を測定し、 $\log \eta - 1/T$  の関係を片対数プロットすると、一般に一定の温度範囲では直線となる。液体によっては特定の温度で屈折点が生じ、この点を境にして関係直線の傾斜が変わる。たとえば水は約35°Cに屈折点がある。これは水素結合の影響のためであるといわれている。

図42はある種の高粘度ニュートン性液体の粘度・温度関係の実測例である。非ニュートン性液体の場合は回転速度により粘度が異なるが、回転速度ごとに関係直線をプロットすると傾斜の等しい平行線になる。

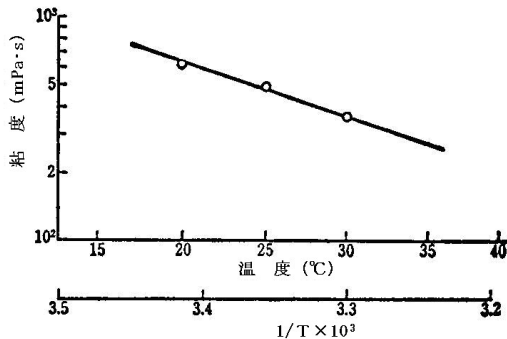


図 42 粘度－温度関係図

表 13 粘度の温度係数 $\alpha$ 計算表

$t$ °C	20	25	30
$\eta$ (mPa·s)	638	480	360
$\alpha_1$	-0.0495		-0.05
$\alpha$	-0.05		

製造現場において粘度測定をする場合、それぞれの標準的製品についてこのような粘度－温度関係図を作成しておく、測定の都度サンプルの温度制御をしなくても任意の温度で測定した粘度をこの関係図から基準温度における粘度に図上換算することができる。また、粘度と温度のデータを式(61)または(62)に代入し、回帰方程式を作っておくと、任意の測定温度における粘度が計算できる。図42の例では回帰式は次のようになる。

$$\log \eta = -4.7181 + 2.205 \times 10^3 / T$$

さらに、粘度の温度係数 $\alpha$  (温度1°C変わったときの粘度の変化率) を求めておく、と便利である。 $\alpha$  は次式で表わされる。

$$\alpha = -\frac{1}{\eta} \left( \frac{d\eta}{dT} \right) \quad (63)$$

上式に式(60)を代入すると

$$\alpha = \frac{B}{T^2} \quad (64)$$

また式(62)の $\eta$ 、 $T$ に実測データ $(\eta_1, T_1)$ 、 $(\eta_2, T_2)$ 、 $(\eta_3, T_3)$ を代入し、 $B$ を計算すると次式が得られる。

$$\begin{aligned} B &= 2.303 \times \frac{\log \eta_1 - \log \eta_2}{\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2}} \\ &= 2.303 \times \frac{\log \eta_2 - \log \eta_3}{\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_3}} \end{aligned} \quad (65)$$

式(64)、(65)より

$$\begin{aligned} \alpha &= 2.303 \times \frac{\log \eta_1 - \log \eta_2}{\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2}} \times \frac{1}{T^2} \quad (66) \\ &= 2.303 \times \frac{\log \eta_2 - \log \eta_3}{\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_3}} \times \frac{1}{T^2} \end{aligned}$$

一例として表13の粘度－温度データから $\alpha$ を計算し



てみる。

20°C～25°Cにおいて  $\alpha = -0.0495$  (4.95%)

25°C～30°Cにおいて  $\alpha = -0.05$  (5.0%)

これより20°C～30°Cで  $\alpha = -0.05$  となり、このサンプルは温度1°C上昇すると粘度は5%減少する。

$\alpha$  既知の場合、任意の温度  $t_1$ °Cにおける粘度  $\eta_{t_1}$  を温度  $t_2$ °Cの粘度  $\eta_{t_2}$  に換算するには次式を使う。

$$t_2 > t_1 \text{ のとき } \eta_{t_2} = \eta_{t_1} \{1 - \alpha (t_2 - t_1)\} \quad (66-1)$$

$$t_2 < t_1 \text{ のとき } \eta_{t_2} = \eta_{t_1} \{1 - \alpha (t_2 - t_1)\}^{-1} \\ = \eta_{t_1} [1 + \alpha (t_2 - t_1) + \{\alpha (t_2 - t_1)\}^2 \dots] \quad (66-2)$$

上式の  $\alpha$  は絶対値をとってある。

つぎに、図42の関係直線の傾斜からサンプルの見かけの活性化エネルギー  $U$  を求めることができる。活性化エネルギーは流動の測度 (measure) とみなすことができる。活性化エネルギーが大きいということは流動度が小さいことを示す。この例で計算すると

$$B = \frac{1}{0.4343} \cdot \frac{\log \eta_{20^\circ\text{C}} - \log \eta_{30^\circ\text{C}}}{\left(\frac{1}{T}\right)_{20^\circ\text{C}} - \left(\frac{1}{T}\right)_{30^\circ\text{C}}} \\ = \frac{3.8028 - 3.565}{0.4343(3.413 \times 10^{-3} - 3.3003 \times 10^{-3})} \\ = 5.238 \times 10^3 \\ U = B \times R = 5.238 \times 10^3 \times 1.986 \\ = 10.40 \text{ kcal/mol}$$

この活性化エネルギーはポリエチレン、ナイロンとほとんど同一の値である。

高回転速度で、長い時間測定を続けるとサンプル内の温度が上昇する。これについては理論的な研究<sup>16)</sup>がある。その内容をここで説明することはできないが、結論の一部を紹介すると、半径2cmの外筒が500回転で回転するとき、平衡状態においてサンプル内の平均温度の上昇は粘度が0.001 Pa·sのとき  $5 \times 10^{-4}$ °C、0.1 Pa·sのとき  $4.6 \times 10^{-4}$ °C、10 Pa·sのとき3.3°C、1,000 Pa·sのとき15.6°Cと推定されている。

内筒回転の場合は内筒表面とこれに接する液体の薄層における局所的な温度上昇が推定される。これはサンプルの平均温度と違って計測することは簡単ではないが、常に起りうることであるから留意しなければならない。サンプルの温度上昇のために測定データは応力緩和と類似の挙動を示し、また回転速度を変えて測

定したときのデータは擬塑性と思い違いをする恐れがある。

コーン・プレート形においては、サンプルが薄いフィルム状となっているので、いっそう温度上昇が起こる可能性が大きい。McKennell<sup>17)</sup>は半径1.99cm、コーンの角0.3°の円すいを用いて500rpm ( $D=9, 350\text{s}^{-1}$ ) でサンプルの温度上昇を実験した。サンプル温度はプレートの中心より0.5、1.0、1.5cmの距離に埋め込んだ熱電対で測定している。

その結果は、図43に示す通りである。

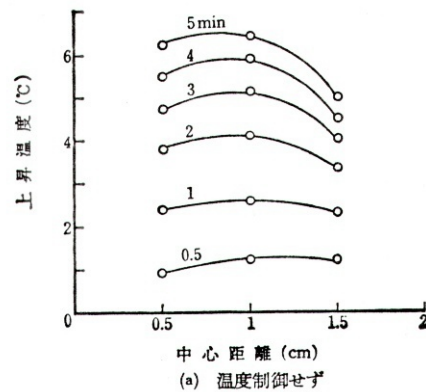


図 43-a コーン・プレート内サンプルの温度上昇

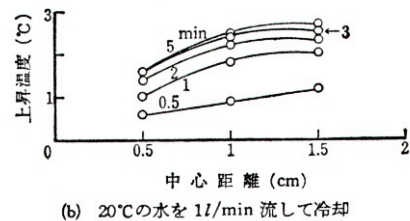


図 43-b コーン・プレート内サンプルの温度上昇  
(時間minは経過時間)

サンプルの温度制御をしないときは回転時間と共に温度上昇し、サンプル内の場所により温度上昇が異なる(図43(a))。温度制御したときは(同図(b))、ある時間経過後(4min以上)は平衡状態になるが、2°C強の温度上昇が見られる。

粘度測定に当たっては恒温水の循環流量をふやすこと。

特に回転速度が高いときは必要のない限り短時間で測定を終るようにすることが望ましい。

## 12. ワイゼンベルグ効果

ゴム系高分子溶液を回転粘度計で粘度測定すると、

内筒軸に液体がはい上ってくる現象が見られる。これは外筒回転でも同様である。この現象はワイゼンベルグによって予測されたのに因んでワイゼンベルグ効果 (Weissenberg effect) と呼ばれている。ワイゼンベルグ効果はずり平面 (回転軸に直角な水平面) 内で、流れの方向と直角で回転軸に向う方向に応力が生じるので法線応力効果 (normal stress effect) ともいう。この法線応力のために液体は回転軸の方に集まり内筒軸をはい上るのである (図44)。

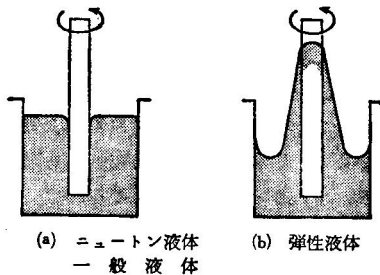


図 44 ワイゼンベルグ効果

なお、ニュートン性液体や一般液体にはこの現象は起らない。この現象を示す液体にはゴム系のほかにポリイソブチレン、ポリスチレン、メチルセルローズ、でんぷん、酢酸繊維素などの溶液があり、一般的にいうと曳糸性 (spinnability) のある粘弾性液体はこの形に属する。ワイゼンベルグ効果はずり速度に依存し、ずり速度が大きくなるほど顕著に現われる。これの実際面の応用として一例をあげると、高分子接着剤タンクに漬けた円筒を高速で回転させ、円筒面をはい上ってくる接着剤をラベルに糊付けし容器に貼付する自動貼付機がある。

このレオロジー上重要で特殊な現象の測定に関しては本文の範囲外であるので他の文献<sup>5), 18)</sup>に譲ることとし、測定装置としてはメカニカルスペクトロメーターなどの最高クラスの粘度計があることを述べるに止める。

普通の共軸円筒形回転粘度計で弾性液体の粘度測定をしていると、ある回転速度以上になると内筒軸に液がはい上ってくる。はじめはトルクが増加するようになるが、やがてはい上りが増してカップ内のサンプルが少なくなり、粘度計指示が急減して不安定になる。内・外筒ギャップが小さいほどこの現象が著しい。このような液体の粘度測定をするには、ワイゼンベル

グ効果が現れない低回転速度で行うか、はい上りが起こるまでに手早く測定を終わるようにする。B形粘度計はサンプルの容量が大きいので、はい上がりのためサンプルが減少する影響はあまり受けず比較的容易に測定ができる。

コーン・プレート形の場合も同様に液体に中心軸に向かう応力が発生するが、コーンの形状からサンプルがコーン面に沿って上昇し周壁の上面に盛り上る。この場合もサンプルの残留が減りトルクが激減する。

### 1.3. ISO 14678<sup>2005</sup>による流動抵抗性(垂れ)測定と粘度

ISO 14678<sup>2005</sup> Adhesive-Determinations of resistance to flow (sagging) は接着剤の流動特性の評価を室温で適用した後と硬化中のたれの測定によって行う7つの方法が規定されている。

接着剤・接着評価研究会 (ECAA) は1985年設立当初より「作業性」ワーキンググループを中心に各種の勉強会・ランドロビンテスト (RRT) を実施してきた。そのRRTに当時のISO/DIS 14678法を採用。特にMethod2 (図45 プラグフォーマー試験器) については2000年から5回のRRTを実施してきた。<sup>27)28)29)30)</sup>

その結果、プラグフォーマー法によるたれ性の測定は個人差が出にくい実験室試験として有用なテスト方法として確認できた。しかし大半の接着剤はチクソトロピー性が強く、プラグフォーマーに接着剤をセットする前段の攪拌などのずり履歴の程度・環境温度・湿度により測定値(たれ量)が大きく変化する。尚、ECAAではプラグフォーマー法と並行して粘度試験も実施してきた。その結果、たれ特性が低いずり速度エリアの粘度挙動で評価できることが判明した。

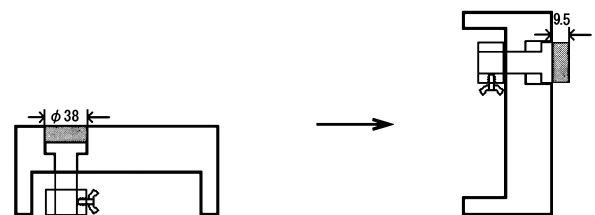


図 45 プラグフォーマー試験器

### 13.1 カートリッジの押出圧力差によるたれ性の影響<sup>28)</sup>

試験サンプル：建設用接着剤

カートリッジ用ガン：OGクラウトガン(ノズル先端直径 1.6mm)

押し出し圧力：0.15MPa及び0.2MPa

たれ試験器：ISO 14678 プラグフォーマー試験器  
(図45参照)

粘度計：RE-215U-3°×R14円すい平板形粘度計

試験方法：カートリッジ内の接着剤をできるだけ負荷をかけないで採取したサンプル (①処理なし) と0.15MPaで押し出したサンプル (②0.15MPa) 及び0.2MPaで押し出したサンプル (③0.2MPa) を押

出した直後にたれ試験器と粘度測定を同時に並行して試験を実施した。

粘度測定は下記条件によるプログラム運転により測定した。

回転速度変速条件

回転速度 (rpm) 0.1 ⇔ 0.2 ⇔ 0.5 ⇔ 1 ⇔ 2 ⇔ 5 ⇔ 10

計測時間 (sec) 80 60 40 30 30 30 30

たれ試験は試料を試験器に充填し、垂直に立て、プラグを押し出した時からのたれ量を経時的に目視にて計測した。

試験結果

- a. たれ量：表14及び図46に示す。
- b. 粘度：図47～図49及び表15に示す。

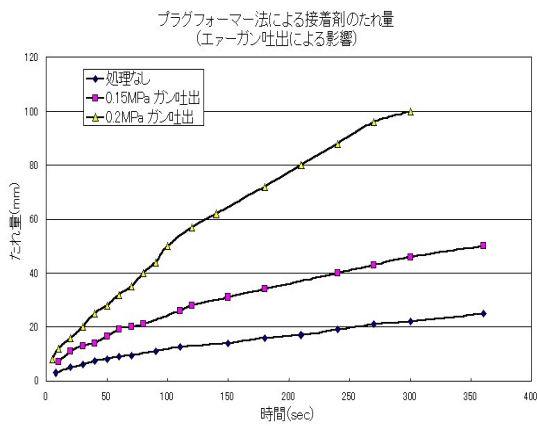


図 46 たれ量—時間関係図

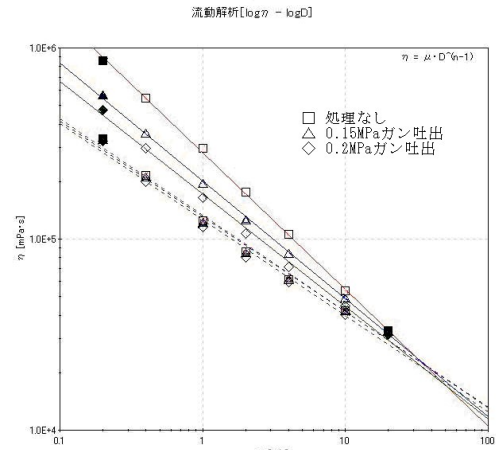


図 48 粘度曲線

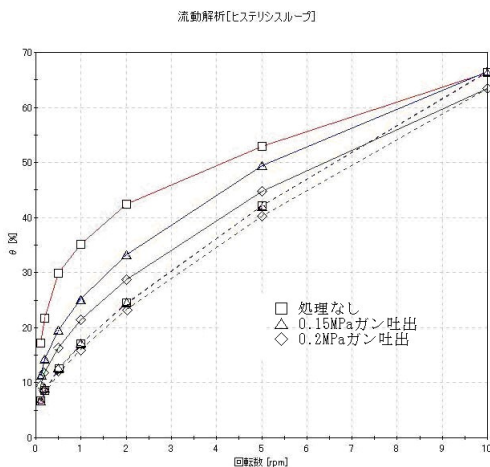


図 47 ヒステリシスループ

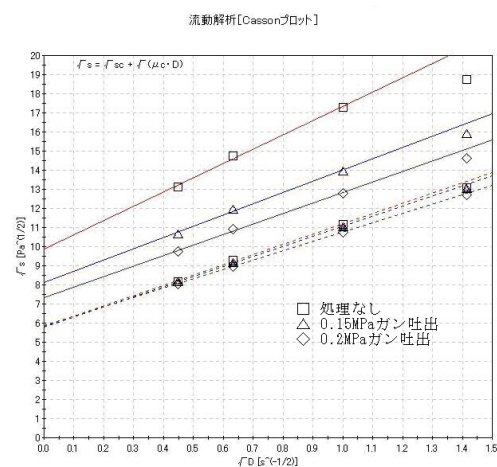


図 49 Cassonプロット

表 14 プラグフォーマー法によるたれ試験結果

時間	5	8	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100	110	120	140	150	180	210	240	270	300	360	(sec)
処理なし		3		5	6	7.5	8	9	9.5		11		13			14	16	17	19	21	22	25	(mm)
0.15MPa ガン吐出			7	11	13	14	17	19	20	21			26	28		31	34		40	43	46	50	(mm)
0.2MPa ガン吐出	8		12	16	20	25	28	32	35	40	44	50		57	62		72	80	88	96	100		(mm)

表 15 粘度特性値表

特性値 試料	ヒステリシス面積 A (%・rpm)	非ニュートン係数 $\mu$ (Pa・s)	非ニュートン指数 n	ずり速度依存係数 $\eta_1/\eta_{10}$	Casson 降伏値 $s_c$ (Pa)	60 秒後のたれ量 (mm)
前処理なし	102.7	283.5 (133.6)	0.715 (0.504)	5.13	97.73 (33.79)	9
0.15MPa 吐出	57.57	201.9 (131.8)	0.616 (0.499)	3.80	66.02 (33.62)	19
0.2MPa 吐出	35.63	171.6 (126.5)	0.588 (0.503)	3.38	54.07 (34.29)	32

( ) 内数値は Down モードの特性値

## 考 察

a. プラグフォーマー法による試験は、試料がチクソトロピー性である場合は、事前の状態調節や前処理の度合（今回は押出圧力の違い。）によって試験結果に大きな差を生ずる。

b. たれ量と粘度特性値の相関

表14のたれ量と粘度特性値との相関は下表の通りで負の相関があった。

①たれ量（60秒後のたれ量Y）とCasson降伏値： $s_c$  (X) の相関

$$Y = -0.483x + 55.1 \quad (r = -0.946)$$

②たれ量（60秒後のたれ量Y）と非ニュートン係数： $\mu$  (X) の相関

$$Y = -0.188x + 61.2 \quad (r = -0.944)$$

c. 粘度測定から得られる特性値は簡便で理論的・定量的であり、たれ性の評価パラメータとして有意義な値である。

### 13.2 自公転型スーパーミキサーの攪拌時間差によるたれ性の影響<sup>2)9)</sup>

試験サンプル：根太接着用ボンド

攪拌機：自転・公転方式スーパーミキサー(AR100)

(自転：800rpm、公転：2000rpm)

たれ試験器：ISO 14678 プラグフォーマー試験器 (図45参照)

粘度計：RE-215U-3°×R14円すい平板形粘度計

試験温度：23℃

試験方法：試料はできるだけずり負荷を与えない様に注意し4個の専用容器に各々約60g採取した。

サンプルは①処理なし、②スーパーミキサーで5sec攪拌、③10sec攪拌、④15sec攪拌した4種類とした。

①以外のサンプルは攪拌後10秒の脱泡（公転2200rpm）を行った。各サンプルは攪拌直後にたれ試験と粘度測定を同時に並行して試験を実施した。

粘度測定は下記条件によるプログラム運転により測定した。

回転速度変速条件

回転速度 (rpm) 0.1⇔0.2⇔0.5⇔1⇔2⇔5⇔10⇔20

計測時間(sec) 100 60 40 30 30 30 30 30

※Upモードでスケールオーバーしても上記プログラムにより全サンプルを20rpmまでのずり負荷を与えた。

たれ試験は前項13.1同様に経時的に目視にて計測した。

試験結果

- a. たれ量：たれ量の経時的変化量を表16及び図50に示す。
- b. 粘度：前項13.1と同様な解析を実施して表17の粘度特性値を求めた。(代表的なたれ量も記入した。)

表 16 プラグフォーマー法による試験結果

たれ量mm	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	15	20	25	30	35	40
処理なし	6.5	16.5	38.5	67.9	98.5	156.1	226.5	296.1								
5sec攪拌	1.59		7.6	12.3	16.4	20.6	26.2	31.6	37.1	47.8	89.2	222				
10sec攪拌			4.1		8.5		11.5	14.7	17.3	21.7	30.1	48.5	86.6	140	235	
15sec攪拌					4.9	8.4		11.5		15.1	23.7	40.1	65.2	90.3	147.9	231.9

(実測値の代表値)

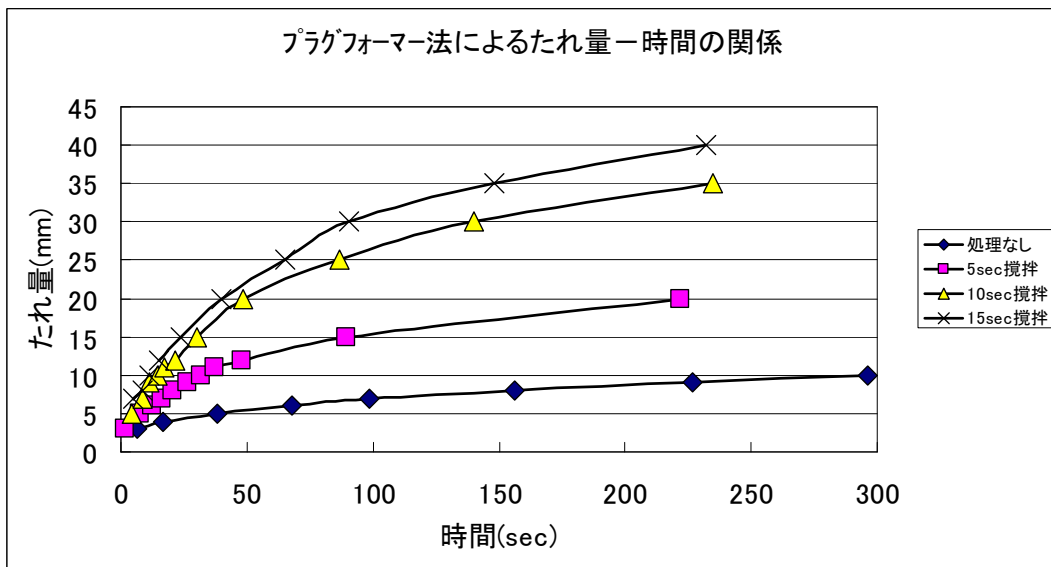


図 50 たれ量-時間関係図

表 17 粘度特性値とたれ量

特性値 試料	A (%・rpm) ヒステリシス面積	非ニュートン係数 $\mu$ (Pa・s)	非ニュートン指数 n	T I 値 $\eta_{0.5} / \eta_5$	Casson降伏値 $s_c$ (Pa)	10mmたれの時間 (sec)	60秒後のたれ量 (mm)
処理なし	<77.95>	202.5 (139.7)	0.174 (0.209)	4.5 (3.4)	119.6 (73.19)	296.1	《5.73》
5 sec攪拌	<32.93>	156.0 (137.6)	0.222 (0.210)	3.9 (3.7)	78.4 (71.88)	31.6	《13.29》
10sec攪拌	49.18	153.9 (133.5)	0.209 (0.189)	4.4 (3.4)	80.8 (74.97)	14.7	《20.93》
15sec攪拌	48.77	152.5 (130.3)	0.205 (0.181)	4.8 (3.5)	81.05 (74.77)	11.5	《23.92》

( ) 内数値はDowmet-1の特性値  
 < > 内数値は参考値  
 《 》 内数値実測データ(詳細値)よりの計算値



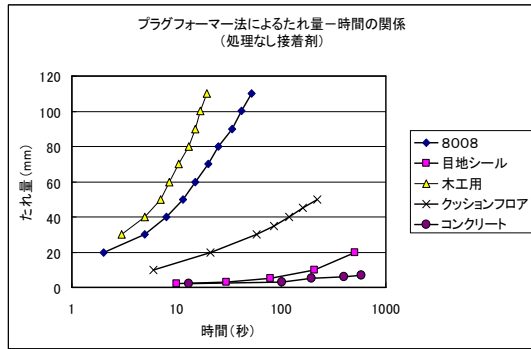


図 51

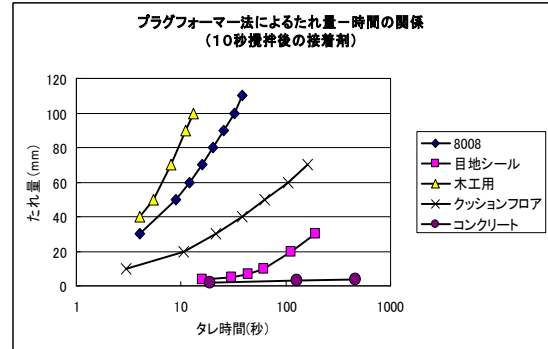


図 53

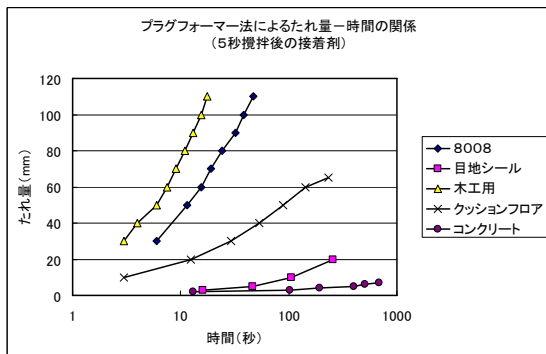


図 52

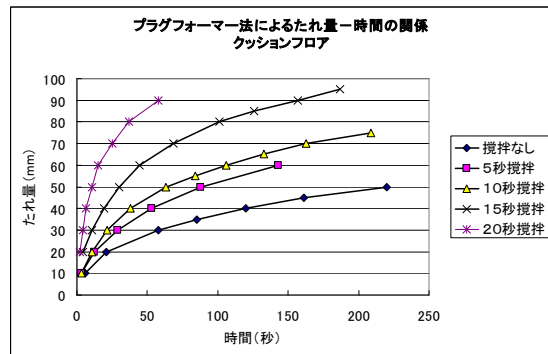


図 54

表 19 粘度特性値表－代表的たれの量

試料	物性値	非ニュートン係数 $\mu$ (Pa·s)	非ニュートン指数 $n$	TI値 $\eta_{0.5}/\eta_5$	Casson降伏値 $s_c$ (Pa)	タレ時間(sec)	
						10mm	30mm
8008 0秒		91.2	0.575	1.74	12.0		5
8008 5秒		87.7	0.584	1.72	10.2		5
8008 10秒		87.1	0.575	1.65	11.2		4
目地シール 0秒		183.0	0.403	4.05	49.3	207	
目地シール 5秒		131.6	0.388	3.61	37.7	105	
目地シール 10秒		99.1	0.431	4.90	23.5	62	
目地シール 15秒		91.7	0.441	2.98	21.4	60	
木工用 0秒		50.3	0.756	1.41	2.1		3
木工用 5秒		48.7	0.771	1.36	2.0		3
木工用 10秒		39.3	0.888	1.30	0.3		
クッションフロア 0秒		130.3	0.258	5.87	56.2		58
クッションフロア 5秒		109.6	0.225	5.90	53.5		29
クッションフロア 10秒		99.0	0.225	5.79	49.2		18.5
クッションフロア 15秒		92.5	0.271	5.91	38.0		10.5
クッションフロア 20秒		73.0	0.248	5.49	33.5		4.5
コンクリート用 0秒		232.5	0.187	5.11	132.7	(610)	
コンクリート用 5秒		242.9	0.187	5.00	144.0		
コンクリート用 10秒		406.7	0.187	4.92	134.1		
タイル用 0秒		522.7	0.120	6.31	373.8		

※試料名下は攪拌時間

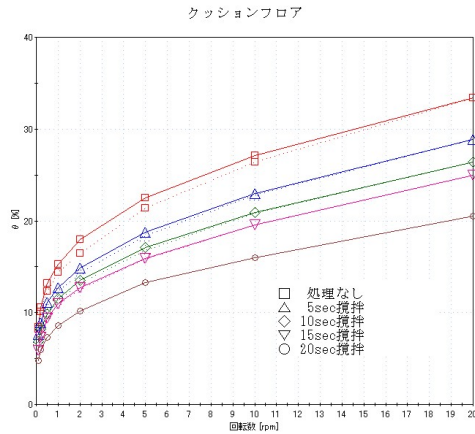


図 55 ヒステリシスループ

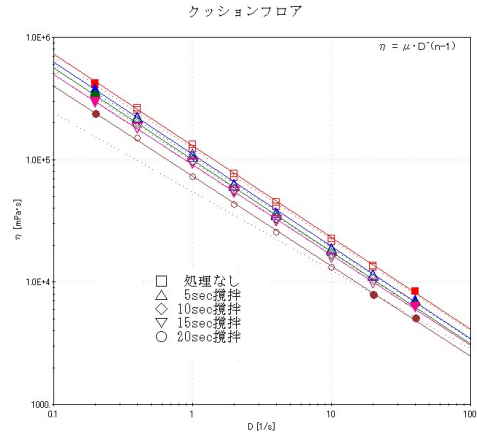


図 56 粘度曲線

## 考察

### a. ISO 14678<sup>-2005</sup> 流動抵抗性（垂れ）試験方法

方法2（プラグフォーマー法）の状態調節に関する記載事項

- ① 8.4に試験装置と試供接着剤は、少なくとも5時間状態調節雰囲気中に置く。
- ② 8.5にキャビティに試供接着剤を充填するときは接着剤を必要に応じて十分混合するか、かき混ぜ、気泡を作らないようにしながら充填する。試験は少なくとも3回実施する。

b. 表18及び図51～図53に示すようにコンクリート用接着剤を除き攪拌時間に依存して粘度が低下し、たれ量が増加している。前項13.1及び13.2と同様、試料がチクソトロピー性・レオペキシー性（ずり負荷の時間に依存して粘度が低下・上昇する性質）である場合は事前の状態調節の割合によってたれ量は大きく変化する。従って、サンプリング及び試験器に充填するときは充填手法に充分注意が必要となる。

c. 今回テストした低粘度系のサンプル（8008及び木工用）では攪拌による影響はさほど大きくはないのでISO 14678の状態調節程度の手順でもたれ量の測定値に大きな差は生じないと考えられる。

d. 今回テストした比較的高粘度のサンプル（目地シール及びクッションフロア用）では攪拌時間による影響が大きく定量的な攪拌強さ・攪拌時間を規定する必要がある。（図54、図55及び図56にクッションフロア用接着剤の詳細データを示す。）

e. 今回テストした高粘度サンプル（コンクリート用）はレオペキシー性の物性で、攪拌によって他のサンプルとは逆により高粘度化して、攪拌によってたれ量が減少している。

f. ISO 14678 方法2（プラグフォーマー法）はかなり広範囲に接着剤のたれ挙動の評価に有用な方法と言える。方法1（アプリケーションの使用によるビード塗布方法）についてはRRRT試験を実施しているが方法3～方法7については別途検討中である。

g. たれ量と粘度特性値の相関について

- 表19にたれ量と粘度特性値を示す。一定の距離までたれる時間と非ニュートン係数（ $3^\circ \times R14$ で0.5rpmの粘度）及びCasson降伏値には正の相関を認められる。
- 図57に代表的なサンプル（目地シール・クッションフロア）の一定距離（10mm及び30mm）迄たれる時間と非ニュートン係数の関係式を求めた。たれ時間（対数）と非ニュートン係数に正の相関があった。又、たれ量はサンプルのヌレ性・密度・温度にも影響されると考えらる。



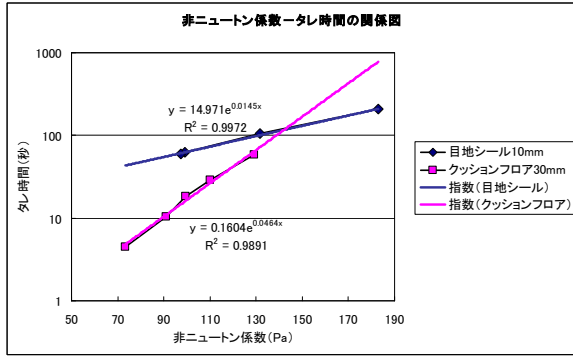


図 57

h. ISO 14678には粘度による評価方法は採用されていないが、科学的・定量的評価方法として粘度測定による評価が他の試験より優れていると考える。

13.4 プラグフォーマー試験での  
たれ量測定の限界について

a. 低粘度サンプルについて

今回試験した低粘度サンプル（8008及び木工用）はたれるスピードが早く目視では測定しにくい。たれ量と時間の計測をビデオなどの光学的計測するか、キャビティの深さ（試験サンプルの厚さ）を可変に調節することにより試験サンプルの厚さを小さくすることで再現性のあるたれ量の計測が可能と考える。試験接着剤に合わせてキャビティの深さ調整による方法が良いと考える。

b. 高降伏値・高粘度サンプルについて

高粘度であったサンプル（コンクリート用接着剤）のプラグフォーマー試験でのたれ量測定時の解析をすると垂直塗布面におけるたれ応力（ $\sigma_s$ ）は次式より求めることができる。

$$\sigma_s = X \cdot \rho \cdot g$$

ここで X：膜厚（m）

$\rho$ ：密度（Kg/m<sup>3</sup>）

g：重力加速度（m/s<sup>2</sup>）

コンクリート接着剤におけるたれようとする応力（ $\sigma_s$ ）はサンプルの密度を1.565g/cm<sup>3</sup>（カタログ値の密度1.49～1.64g/cm<sup>3</sup>の平均値）として以下のように計算される。

$$X = 0.0095\text{m}, \rho = 1565\text{Kg/m}^3, g = 9.81\text{m/s}^2$$

$$\sigma_s = 0.0096 \times 1565 \times 9.81 = 145.85 \text{ (Pa)}$$

このような条件でたれるのはサンプルの降伏値

（ $s_0$ ）が上記で計算されるたれが生じる臨界の応力（約145Pa）以下と推定される。

今回は粘度測定によるCasson降伏値 $s_c$ （表19）を参考にした。粘度特性値（表19）からコンクリート用接着剤の $s_c$ が145Paに近い値（132.7～144Pa）を示しており、上記の式で計算される臨界の応力とほぼ同じでたれる限界の粘度特性と言える。

又、タイル用接着剤のCasson降伏値は $s_c = 373.8\text{Pa}$ と大きいのでプラグフォーマー試験器ではたれを生じない。又、膜厚X（9.5mm）を大きくする方法も検討に値する。

c. 一般的な塗装作業後にたれを生ずるざり速度Dは $10^{-1} \sim 10^{-2} \text{s}^{-1}$ といわれます。（前項8.参照）しかし、一連のプラグフォーマー法でたれスピードは早く非ニュートン係数（ざり速度 $1.0\text{s}^{-1}$ 時の粘度）と相関があったこと（p44, b-②, p46, b-①および図46参照）はこれらのたれスピードがざり速度 $D = 1.0\text{s}^{-1}$ に近い速さであったことに起因すると思われる。従って、試験接着剤のたれ量をキャビティ深さをコントロールすることにより、ある程度の中でコントロールすることで単純な粘度測定方法（0.5rpmでの一点測定）との相関関係を最適にすることが可能であると考えられる。

完

## 引用文献

- 1) M. ライナー、山田・柳沢訳、改訂レオロジーの基礎理論、コロナ社。
- 2) 中川鶴太郎、レオロジー、岩波全書。
- 3) J. R. Van Wazer et al. Viscosity and Flow Measurement, Interscience Publishers, John Wiley & Sons.
- 4) 小野木重治、レオロジー要論、槇書店、1968.
- 5) A. S. ロッジ、倉田・尾崎訳、弾性液体、物理学叢書37、吉岡書房。
- 6) C. H. Lindsley and E.K. Fischer, End-Effect in Rotational Viscometers, J. Appl. Phys., Vol.18. November, 1974.
- 7) 川崎種一、回転円筒式粘度計における層流とレイノルズ数について、New Food Ind. Vol. 13, No. 4 1971より再録。
- 8) 木田重雄、大槻義彦、森本雅樹編、乱流の不思議なふるまい、丸善、昭和63年5月。
- 9) T. C. Patton, 植木他訳、塗料の流動と顔料分散、共立出版、昭和50年3月。
- 10) 磯貝行秀外、血液レオロジー、最新医学、24巻、10号、昭和44年10月。
- 11) 浜野光、光永サチ子、涙液の粘度測定、日本眼科紀要、24巻、4号、昭和48年4月。
- 12) M. Reiner and R. Rivlin, Ueber die Stroemugn einer elastischen Fluessigkeit im Couette Aparat, Kolloid, z., 43, 1~5, 1927.
- 13) Casson, N., A flow equation for pigment-oil suspensions of the printing ink type, In Rheology of Disperse systems, G.E. Mills, editor, Pergamon Press, New York, 1959.
- 14) 梅屋薫・磯田武信、分散系の流動特性、季刊レオロジー、Vol. 1, No. 2, 1972.
- 15) R. Samel and M.M. Mures, The age-thickening of sweetened condensed milk, J. Dairy Res., 29, 249, 1962.
- 16) R. E. Colwell, Proceedings of the international Congress on the Technology of Plastics Processing, October 1960, Amsterdam, Holland.
- 17) R. Mckennell, Proc. 2<sup>nd</sup> Intern. Congr. Rheology, 350, 1954; Z., 145, 114, 1956; Anal. Chem., 28, 1710, 1956.
- 18) 高分子学会レオロジー委員会、レオロジー測定法、pp. 70~89、共立出版。
- 19) 岸田貴仁・上田隆宣 発条緩和方法を用いた低せん断速度の粘度測定 第37回レオロジー討論会要旨集 88, 1989
- 20) 小池昇ら モーアの眼科用粘弾性物質としての可能性 IOL & RS Vol.14, No3, 2000
- 21) 小谷スミ子ら 高圧処理した卵黄の流動性 家政学会誌 Vol151, No10, 905~912, 2000
- 22) 丸山彰子ら 粘稠液状食品の力学的性状に対する簡便な客観的評価法の検討 日本家政学会誌 Vol. 57, No. 5, 263~270 (2006)
- 23) 宮本勲 塗布性の評価 新世紀の接着剤と接着技術 315~316, 2002
- 24) 五十嵐秀明 セメントスラリーのレオロジー 分散系レオロジーと分散化技術 大学図書 127~134, 1991
- 25) 生沼和夫・宮本勲 デジタル粘度測定 食品設備・機器事典 産業調査会 908~912, 2002
- 26) 桑島輝明 粘度調整技術 技術情報協会 101, 2000
- 27) 鈴木利郎 接着剤の垂れと各種粘度特性値の研究 接着評価、第12巻3号 2000
- 28) 宮本勲 接着評価 接着剤・接着評価技術研究会 第15巻1号, 16~21 2003
- 29) 宮本勲 接着評価 接着剤・接着評価技術研究会 第16巻1号, 6~9 2004
- 30) 宮本勲・藤山薫 接着評価 接着剤・接着評価技術研究会 第17巻1号, 8~15 2005

《非売品》

回転粘度計による粘度測定の実際（2018年改訂）

発行 2018年1月1日

発行者 東機産業株式会社

〒105-0004 東京都港区新橋5丁目32番6号

富士ビル

TEL: (03) 3434-5501 FAX (03) 3433-4044

本資料は、当社故川崎種一が「NEW FOOD INDUSTRY Vo1. 22 No. 46（1980）」に掲載したものをベースに数度の改訂を実施したものです。

1980/1801-30-5T