



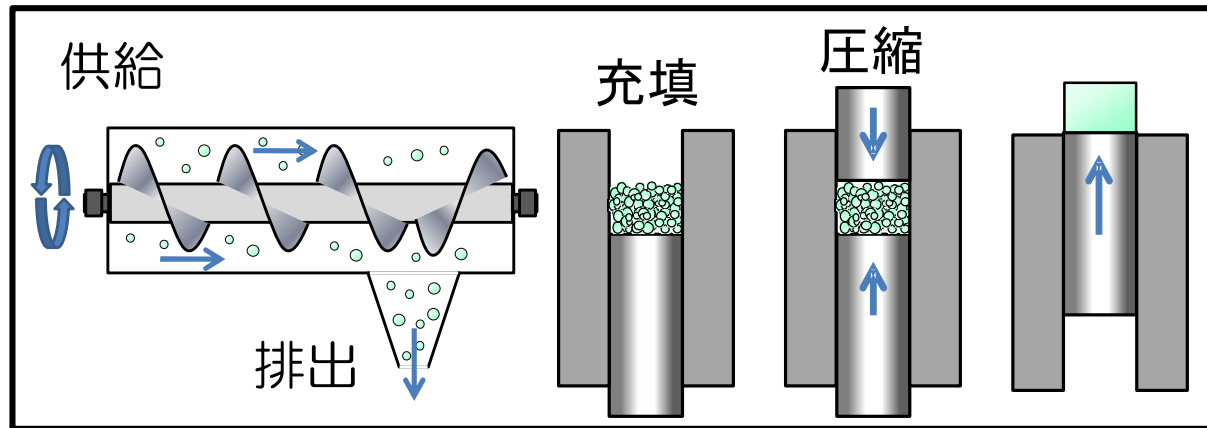
技術報告

# 音叉振動式粘度計を用いた粉体の見かけ粘度測定

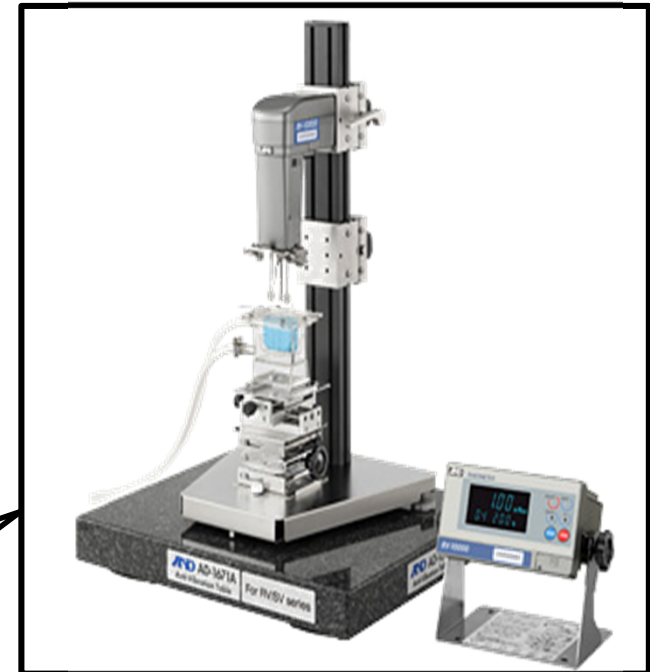
## Measurement of Apparent Powder Viscosity by Tuning-fork Vibration Viscometer

(岡山大・院自然) ○後藤 邦彰, 余越 康隆, 中曾 浩一, 三野 泰志  
(エー・アンド・デイ) 石塚 英樹, 西塚 昌弘

# 背景



粉体操作において  
流動特性 重要



液体の  
見掛け粘度測定手法

レオメータ—

音叉振動式粘度計

など

液体の粘度測定が簡便に可能

測定時間が短い, 約 7.5 [min]

必要な試料量が少ない, 10 [mL]

液体と同じ方法で粉体の“粘度”測定が可能なら, 簡便な粉体流動特性になるのでは?

# 音叉振動式粘度計の測定原理

液体から振動子が受ける

機械的インピーダンス $Rz[\Omega]$

$$Rz = Area\sqrt{\pi f\mu'\rho}$$

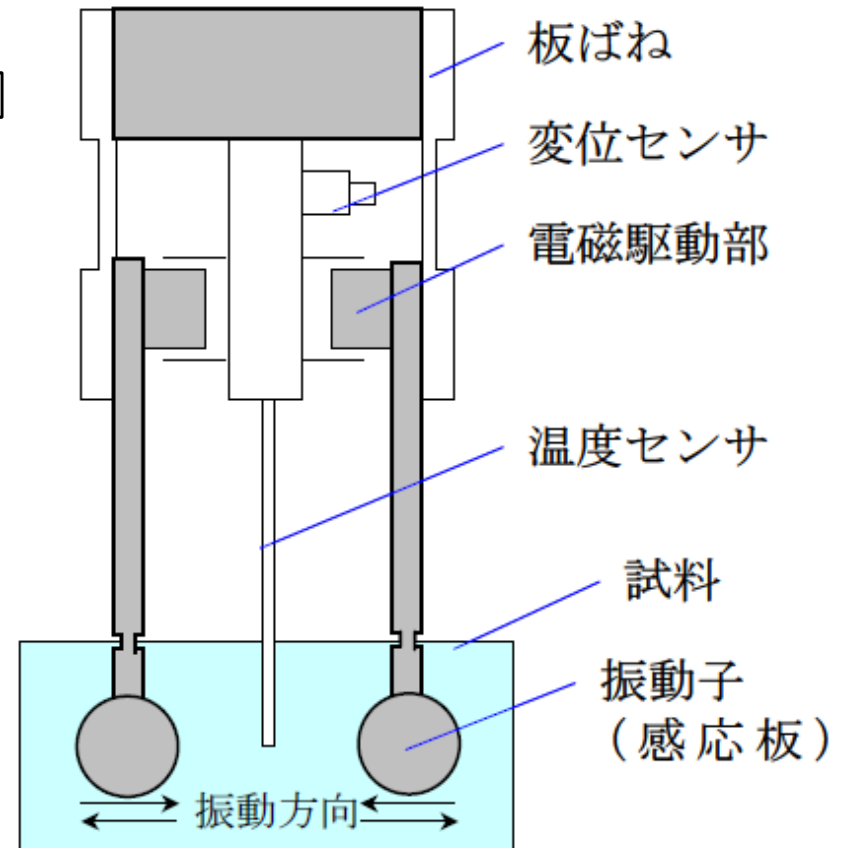
電磁駆動部が振動片に

一定の振動速度 $Ve^{i\omega t}[m/s]$ を

与えている力を $F[N]$ とすると

$$Rz = \frac{F}{Ve^{i\omega t}} = \frac{IBl}{Ve^{i\omega t}} = Area\sqrt{\pi f\mu'\rho}$$

↳  $I(\text{電流}) \propto \sqrt{\mu\rho}$  (粘度 × 密度)

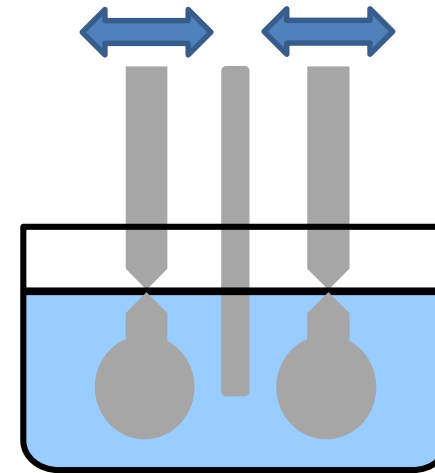


- |                                    |               |
|------------------------------------|---------------|
| $f$ : 振動周波数[Hz]                    | $I$ : 駆動電流[A] |
| $Area$ : 振動子の両面面積[m <sup>2</sup> ] | $B$ : 磁束密度[T] |
| $\mu$ : 液体の粘度[Pa · s]              | $l$ : コイル長[m] |
| $\rho$ : 液体の密度[kg/m <sup>3</sup> ] |               |

電流（振動子を駆動する力）  
から液体の粘性抵抗を算出

# 液体での測定手順

- ① 純水と標準粘度液を用いて校正
- ② 容器に液体試料を投入
- ③ 試料に振動子を挿入
- ④ 測定開始



## 測定条件

$f_{mes}$  (振動子振動数) : 30 [Hz] (一定)

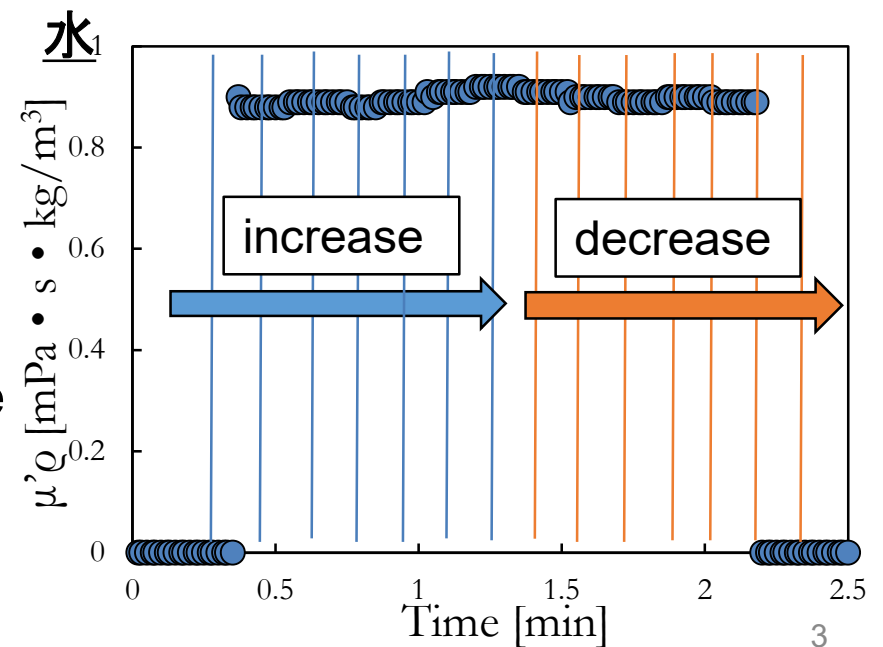
$A_{mes}$  [ $\mu\text{m}$ ] (振動子振幅)

70	100	200	400	600
800	1000	1200		

→ : increase   ← : decrease

各振幅での測定時間 : 10 [s]

可測範囲 :  $\leq 30$  [ $\text{Pa}\cdot\text{s}\cdot\text{kg}/\text{m}^3$ ]  
( $A_{mes}$ によって異なる)





## 測定範囲

振幅[mm]	粘度範囲[mPa·s]
0.07~0.1	2,000~25,000
0.1~0.2	20~25,000
0.2	0.3~25,000
0.2~0.4	0.3~12,000
0.4~0.8	0.3~5,000
0.8~1.2	0.3~3,000

# 粉体での測定手順

① 純水と標準粘度液を用いて校正  
(乾燥)

- ① 容器に試料粉体を投入
- ② 粉体層に振動子を挿入
- ③ 測定開始

## 測定条件

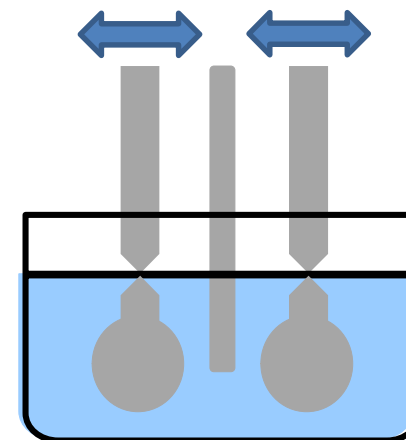
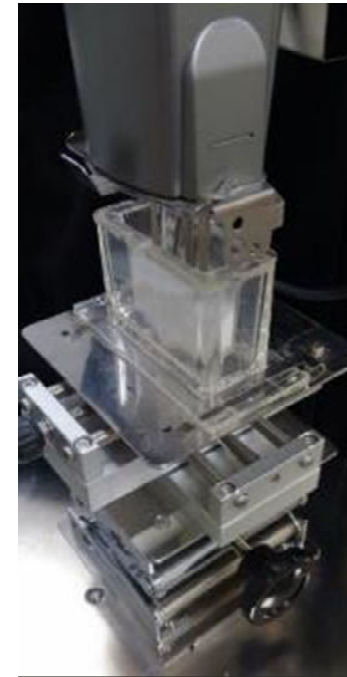
$f_{mes}$  (振動子振動数) : 30 [Hz] (一定)

$A_{mes}$  [ $\mu\text{m}$ ] 70 → 100 → 200 → 400 → 600  
                  ← 800 ← 1000 ← 1200

→ : increase   ← : decrease

各振幅での測定時間 : 10 [s]

可測範囲 :  $\leq 30$  [ $\text{Pa}\cdot\text{s}\cdot\text{kg}/\text{m}^3$ ]  
( $A_{mes}$ によって異なる)



# 粉体への適用例（既往の研究）と本研究の目的

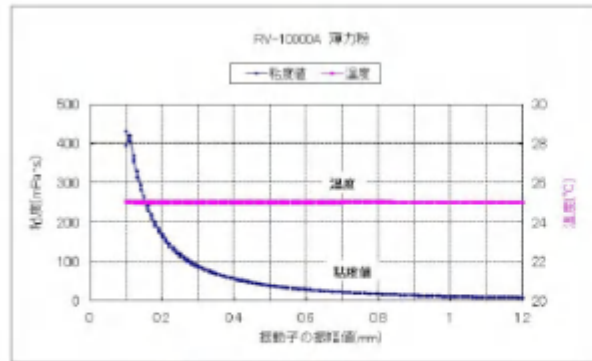


Fig.10 薄力粉

(かさ密度 0.49 g/cm<sup>3</sup>)

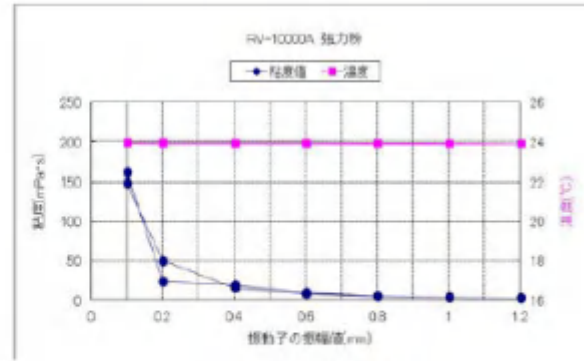


Fig.11 強力粉

(かさ密度 0.56 g/cm<sup>3</sup>)

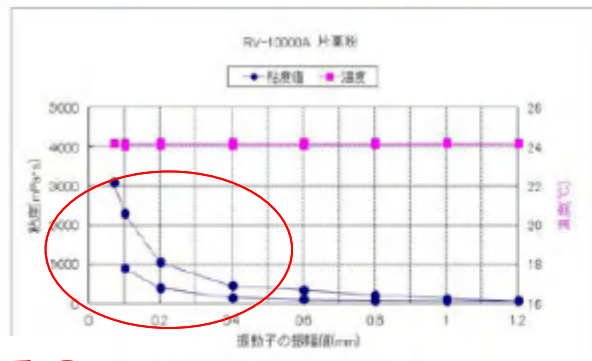


Fig.12 かたくり粉

(かさ密度 0.70 g/cm<sup>3</sup>)

ヒステリシス?

出雲直人, 菅野将弘, 清水幸子: "粉体の粘性抵抗に関する新しい測定・評価方法—音叉振動式レオメータを利用した粉体の粘度測定について—", 第82回日本分析化学会有機微量分析研究懇談会, 第98回計測自動制御学会力学量計測部会合同シンポジウム (2015)

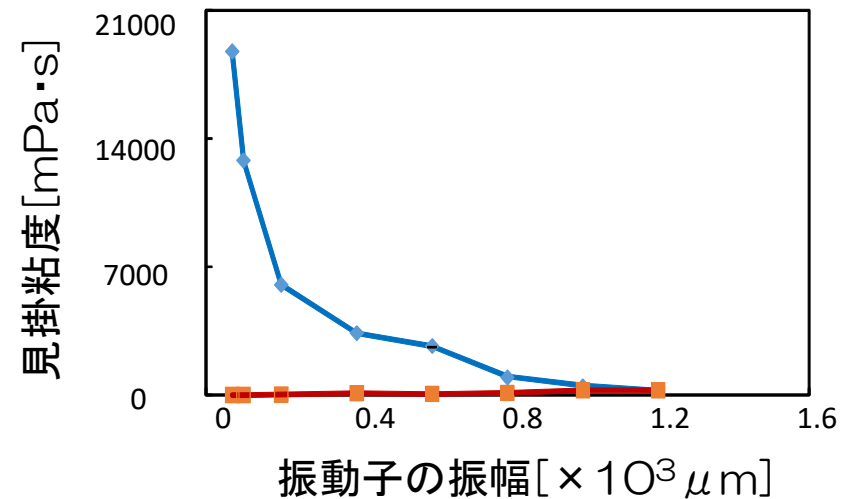
測定の実例は報告されているが、粉体種が限定的



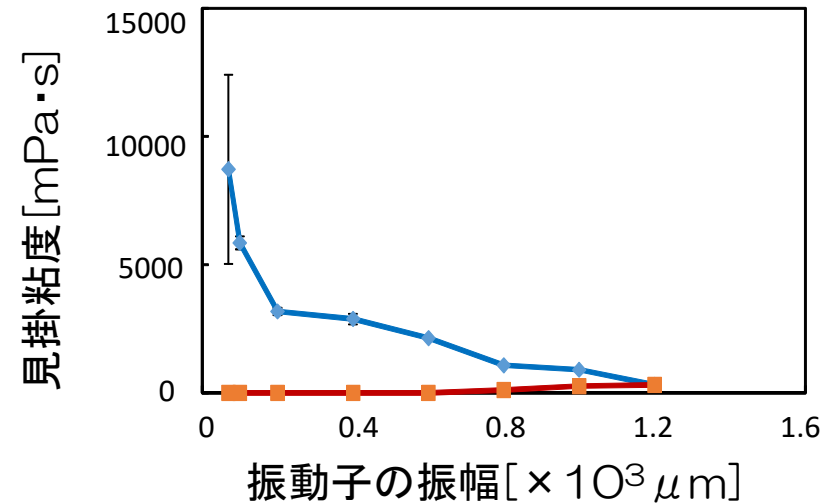
目的： 液体の粘度測定に用いる音叉振動式粘度計を種々の粉体に適用し、粉体の流動特性を表す指標を提案する

# 測定例

## 例 コーンスターチ



## 含水結晶ブドウ糖



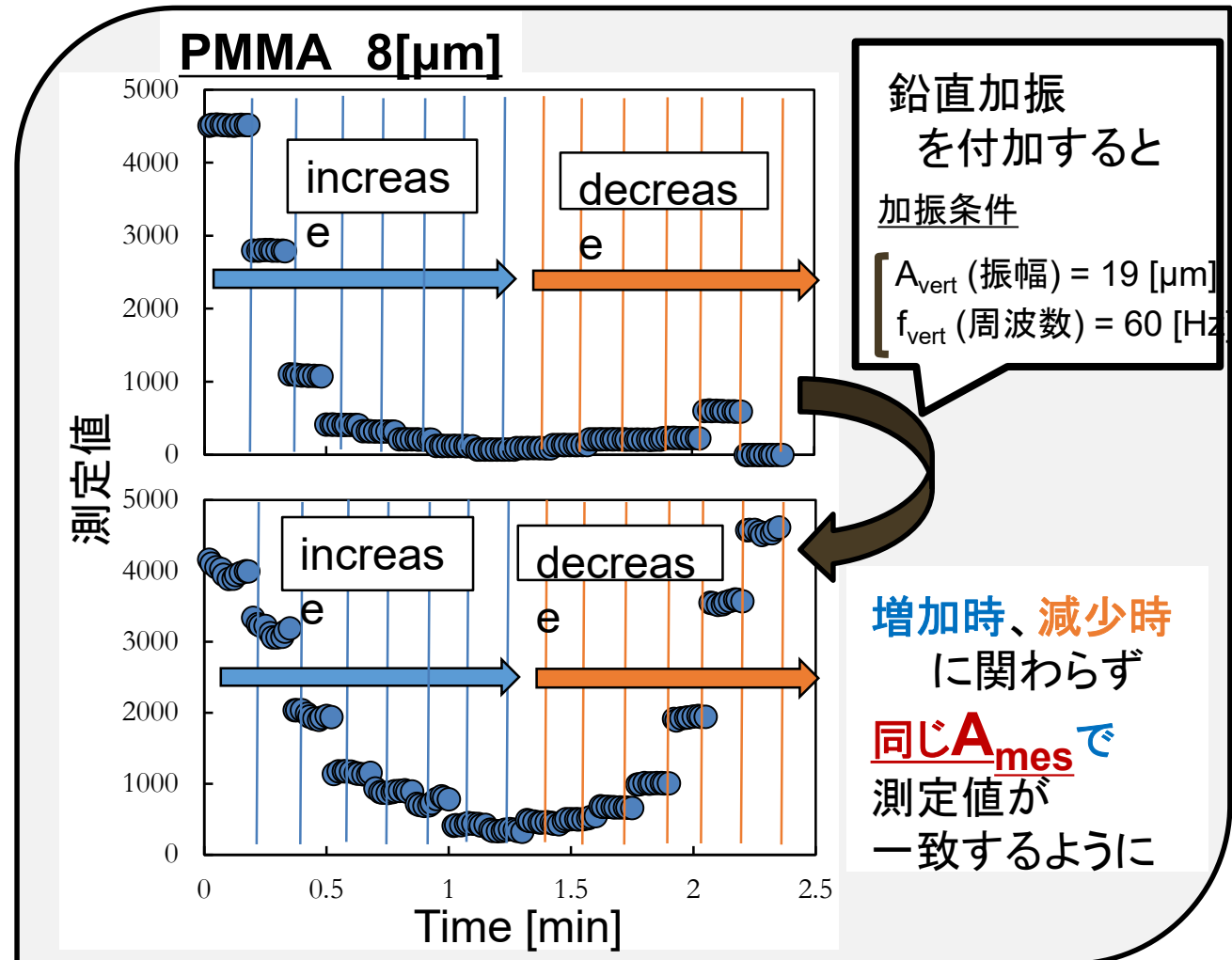
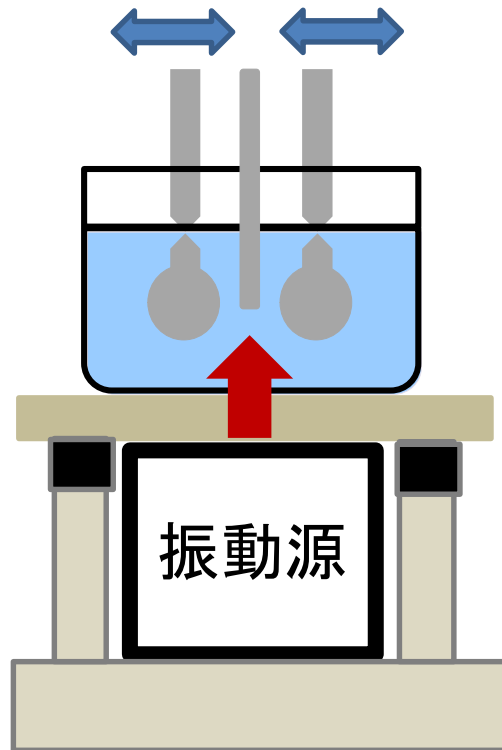
振動子の振幅が同じなのに  
行きの値 > 帰りの値

粉体の特性ではなく原因は

➡ 振動子と粉体間に隙間



# 付着性の高い粉体の場合



鉛直加振を付加することで、振動子-粉体間の隙間の発生を防ぐことができ  
再現性のある測定が可能となった

# 鉛直加振装置

ポンプ



絞り弁



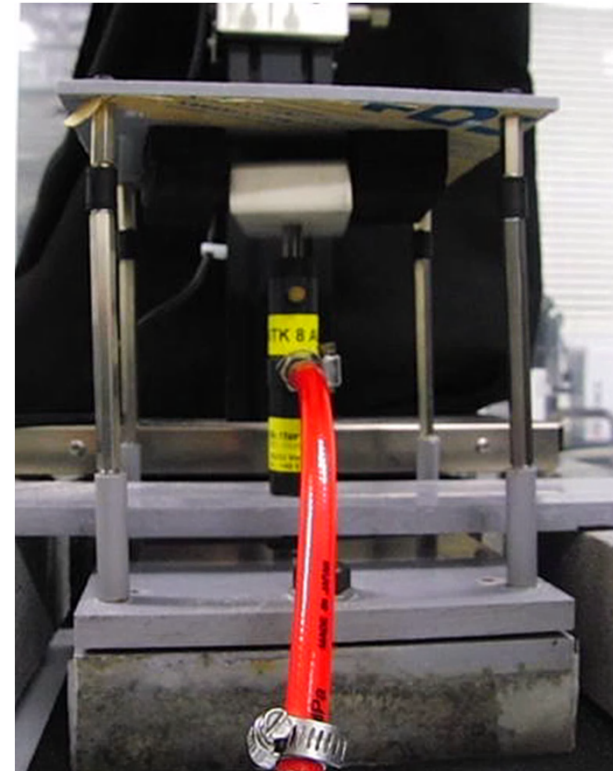
空気

圧力表示

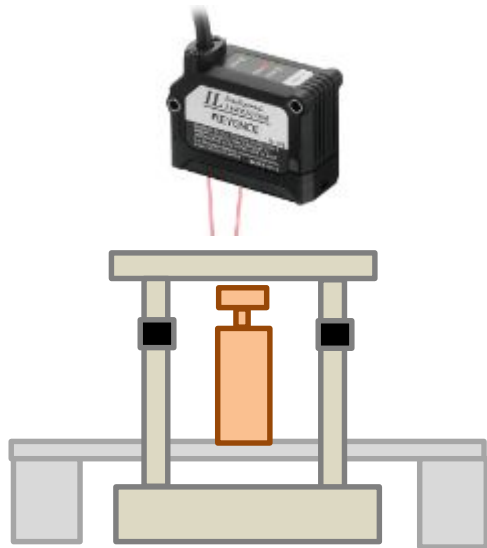


0.001[MPa]きざみで  
圧力を表示可能

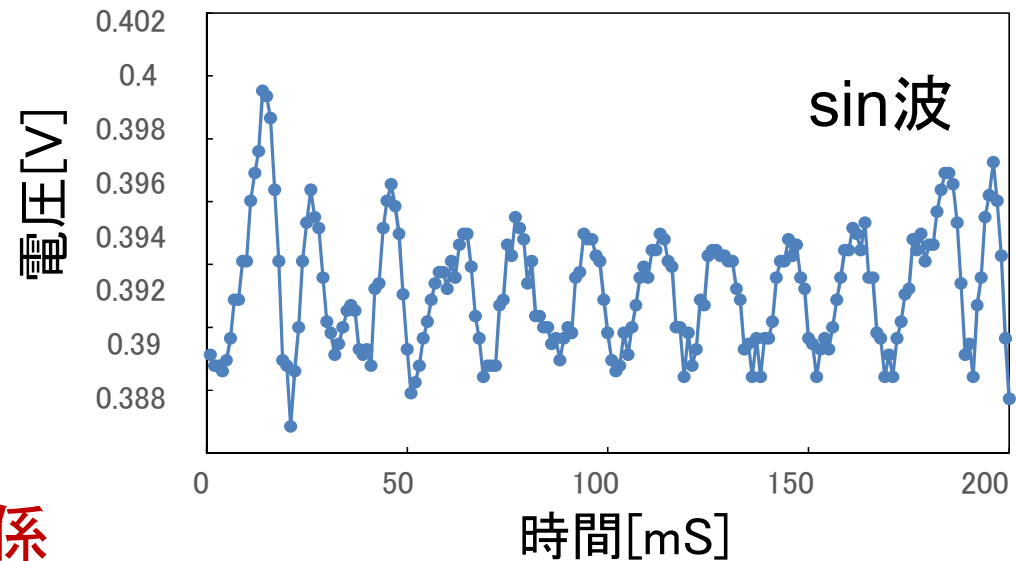
加振部



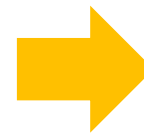
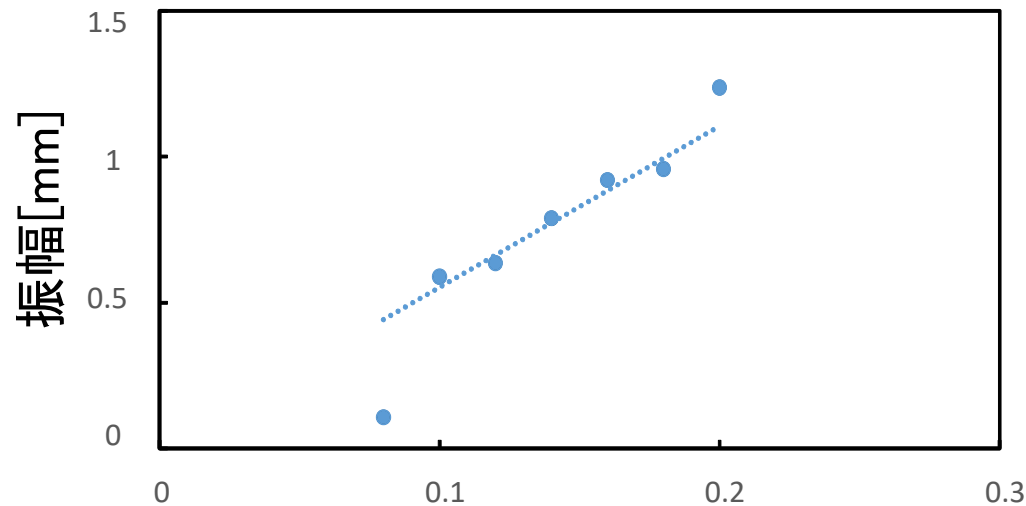
# 鉛直加振振幅の測定結果



## 0.08MPaのときのレーザー測定結果



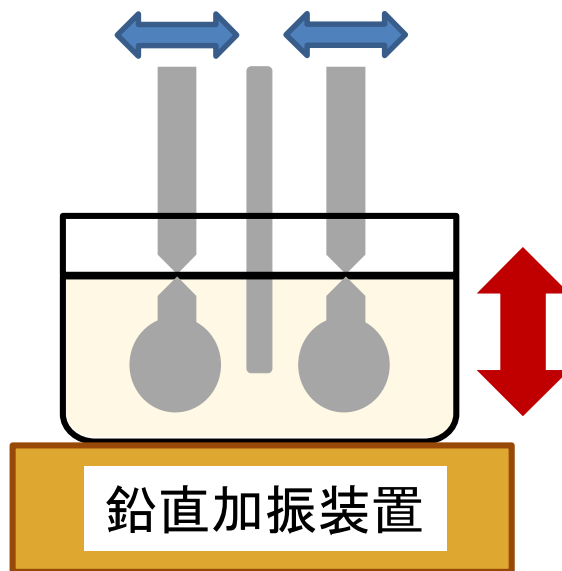
## 振幅と圧力の関係



振幅を任意に変更可能  
全振幅で周波数は約60[Hz]

# 粉体の測定手順と測定条件

- ① 純水と標準粘度液を用いて校正  
(乾燥)
- ① 容器に試料粉体を投入
- ② 粉体層に振動子を挿入
- ③ 容器に加振を行い粉体層を圧縮
- ④ 所定の振動強度での加振を保持
- ⑤ 測定開始



## 測定条件

$f_{mes}$  (振動子振動数) : 30 [Hz] (一定)

$A_{mes}$  [ $\mu\text{m}$ ] (振動子振幅) : 70, 100, 200, 400, 600, 800, 1000, 1200

→ : increase   ← : decrease

各振幅での測定時間 : 10 [s]

可測範囲 :  $\leq 30$  [ $\text{Pa}\cdot\text{s}\cdot\text{kg}/\text{m}^3$ ]  
( $A_{mes}$ によって異なる)

## 鉛直加振条件

$f_{vert}$  (鉛直加振振動数) : 60 [Hz] (一定)

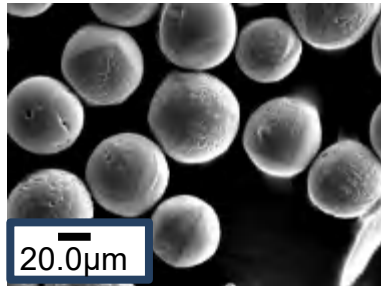
$S_{vert}$  (鉛直加振強度) : 0.28 ~ 1.38 [G]

$$S_{vert} = \frac{(2\pi f_{vert})^2 A_{vert}}{g} \quad \text{より}$$

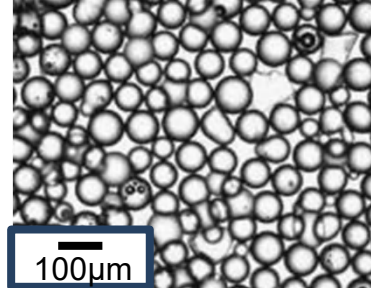
$A_{vert}$  (加振振幅) を測定して算出

# 試料粉体ー 1

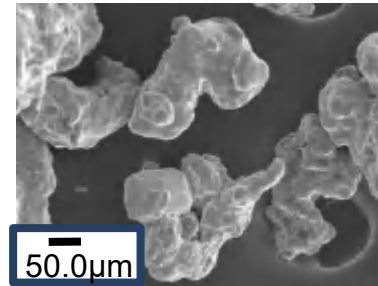
球形アルミナ



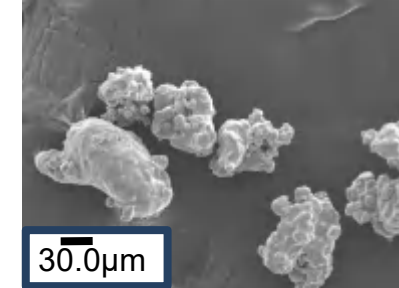
球形ガラスビーズ



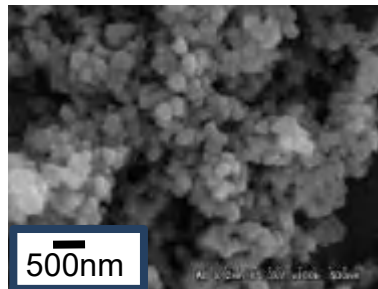
造粒鉄粉



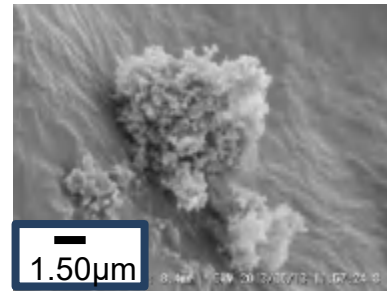
造粒鉄粉B



ナノシリカ粒子



ナノチタン粒子



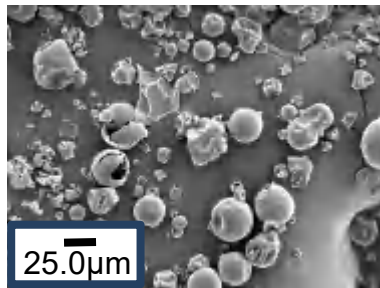
Hausner比:  
1に近い程流動性が良い

	中位径[ $\mu\text{m}$ ]	密度[ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]		Hausner比	
		ゆるめ	かため		
アルミナ	50.0	2.156	2.247	1.04	球形 流動性良
ガラスビーズ	63~90	1.388	1.498	1.08	
造粒鉄粉A	143.8	3.253	3.478	1.07	
造粒鉄粉B	138.7	3.139	3.721	1.19	非球形 流動性良
ナノシリカ粒子	20[nm]	0.041	0.058	1.41	
ナノチタン粒子	21[nm]	0.089	0.143	1.61	流動性不良

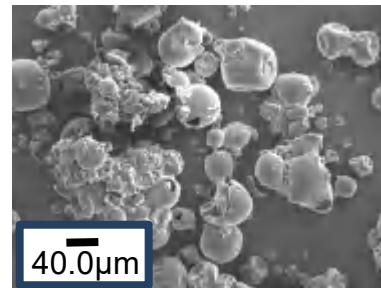
# 試料粉体－2

## 大豆プロテイン

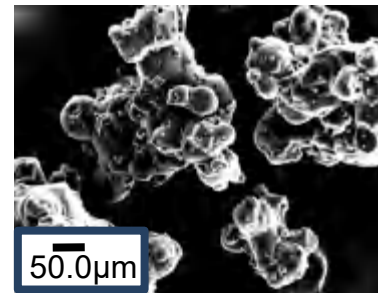
造粒前



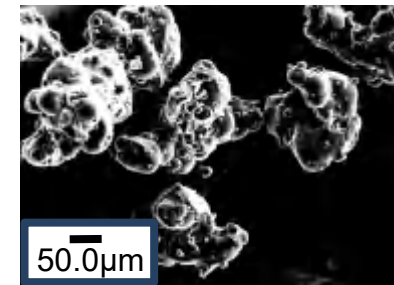
造粒後



粉ミルクA



粉ミルクB

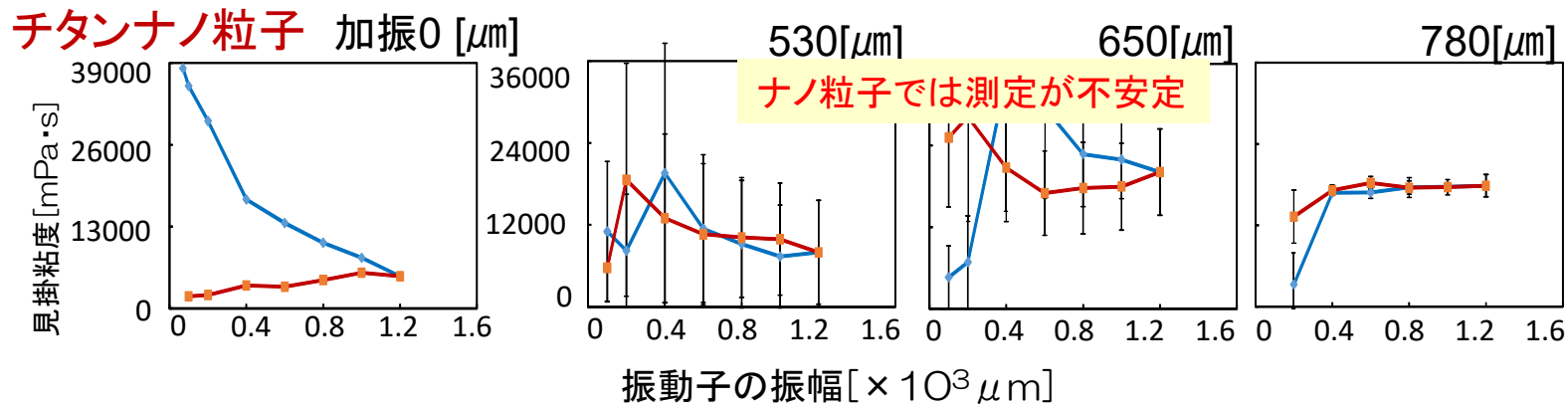
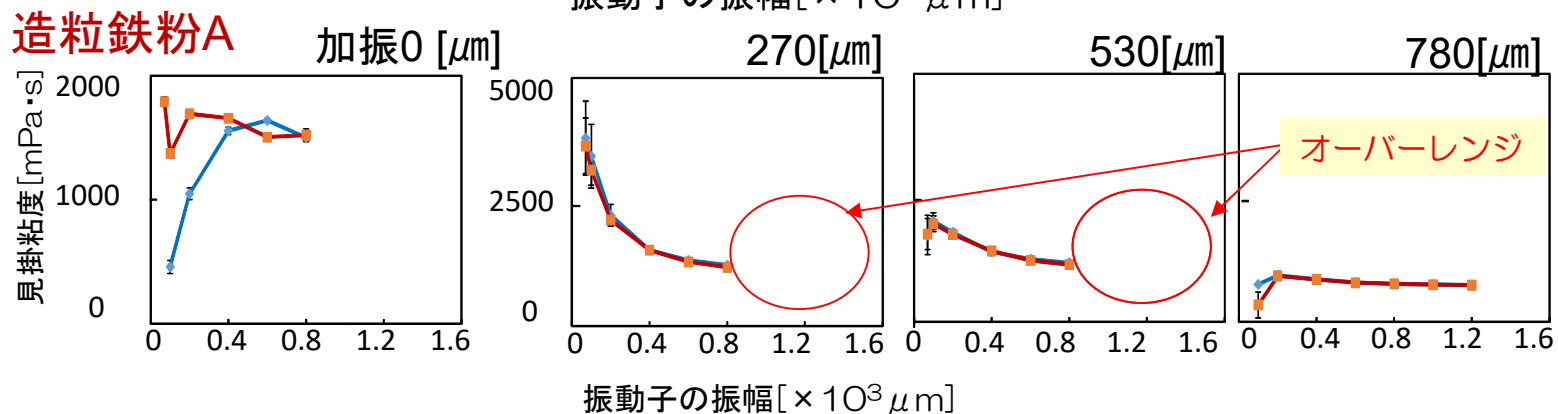
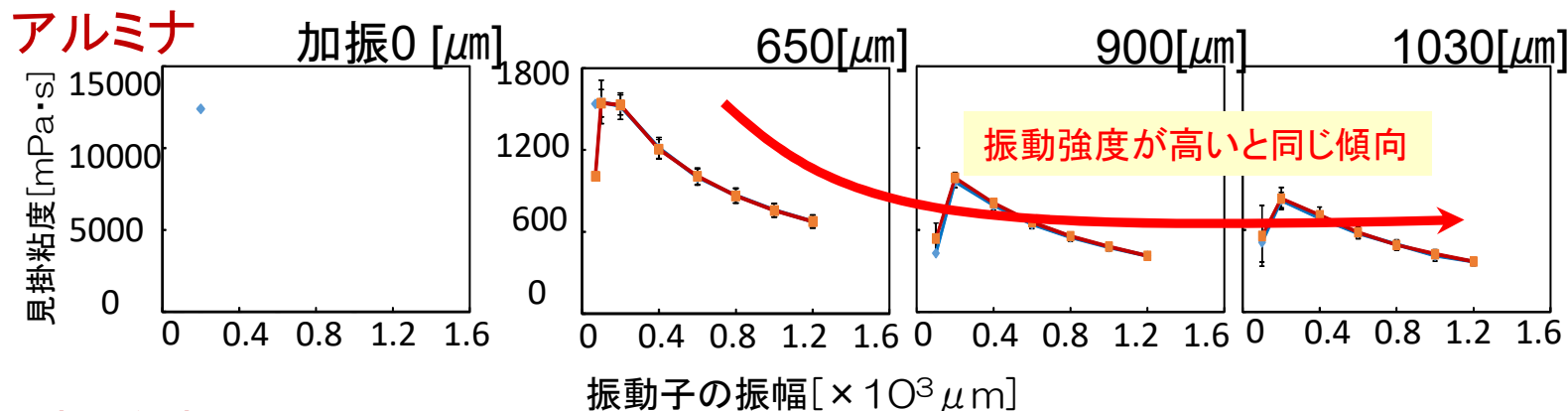


	中位径[ $\mu\text{m}$ ]	密度[ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]		Hausner比		
		ゆるめ	かため			
大豆(造粒前)	107.0	0.266	0.428	1.61	球形	流動性不良
大豆(造粒後)	149.4	0.199	0.319	1.60	非球形	
粉ミルクA	272.0	0.349	0.440	1.26	非球形	流動性良
粉ミルクB	292.0	0.369	0.448	1.21		

大きく重い粒子ではオーバーレンジ  
ナノオーダーでは測定が不安定



# 典型的な測定結果

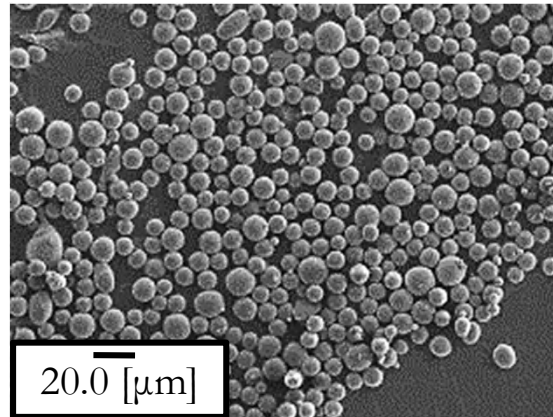


# モデル粉体を用いた流動性指標の検討

球形粒子

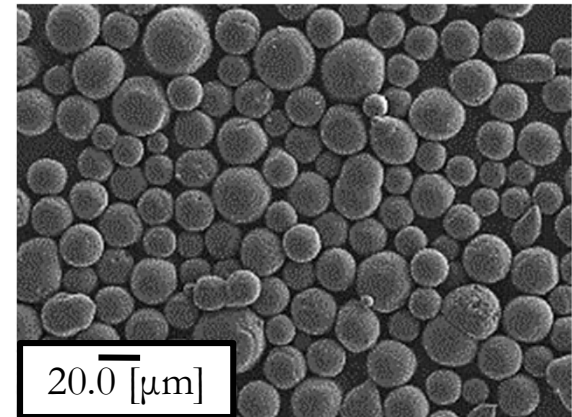
## アルミナ①

粒子径  $D_{p50}$  [ $\mu\text{m}$ ] : 10



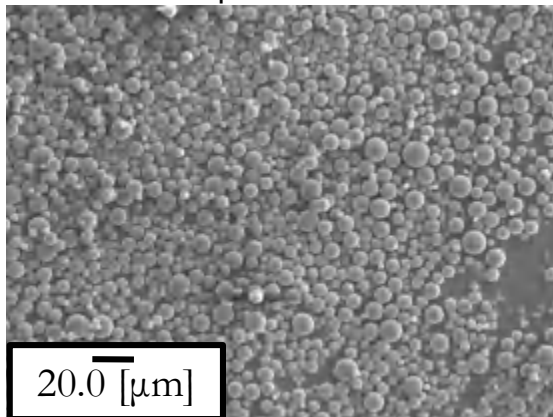
## アルミナ②

粒子径  $D_{p50}$  [ $\mu\text{m}$ ] : 21



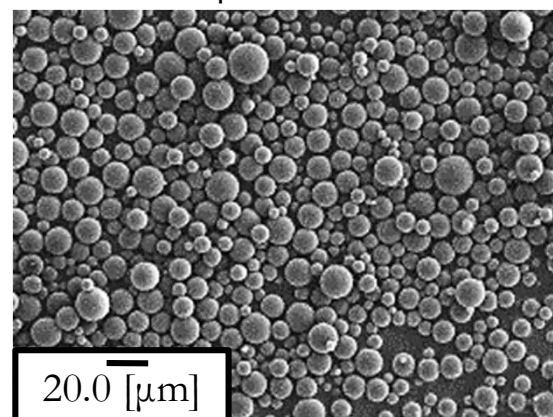
## PMMA①

粒子径  $D_{p50}$  [ $\mu\text{m}$ ] : 7.51



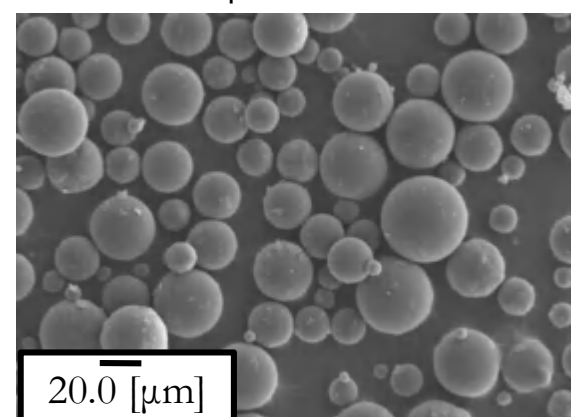
## PMMA②

粒子径  $D_{p50}$  [ $\mu\text{m}$ ] : 12



## PMMA③

粒子径  $D_{p50}$  [ $\mu\text{m}$ ] : 50.08



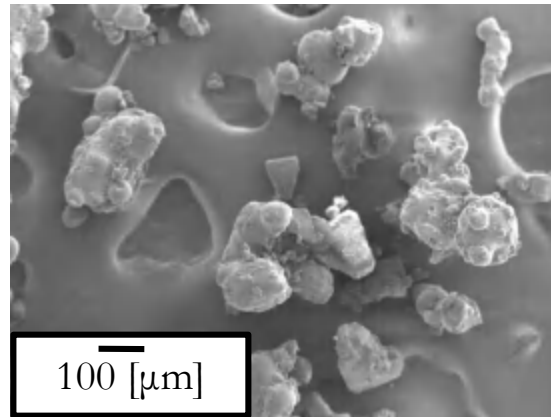


# モデル粉体を用いた流動性指標の検討

非球形粒子

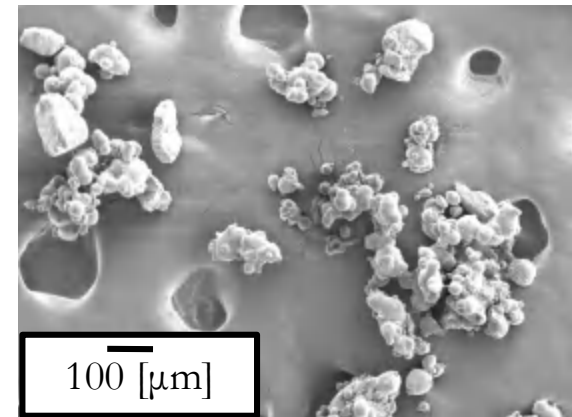
## 粉ミルク①

粒子径  $D_{p50}$  [ $\mu\text{m}$ ] : 202



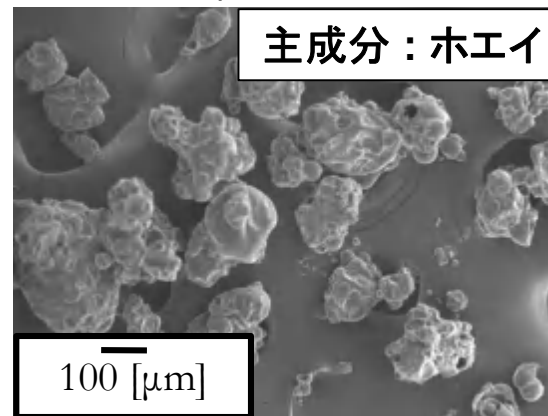
## 粉ミルク②

粒子径  $D_{p50}$  [ $\mu\text{m}$ ] : 222



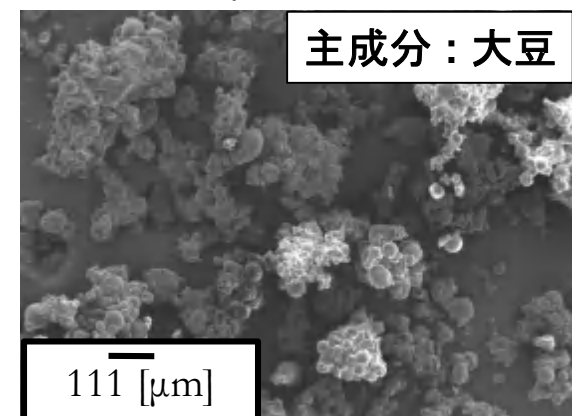
## 粉末プロテイン①

粒子径  $D_{p50}$  [ $\mu\text{m}$ ] : 151



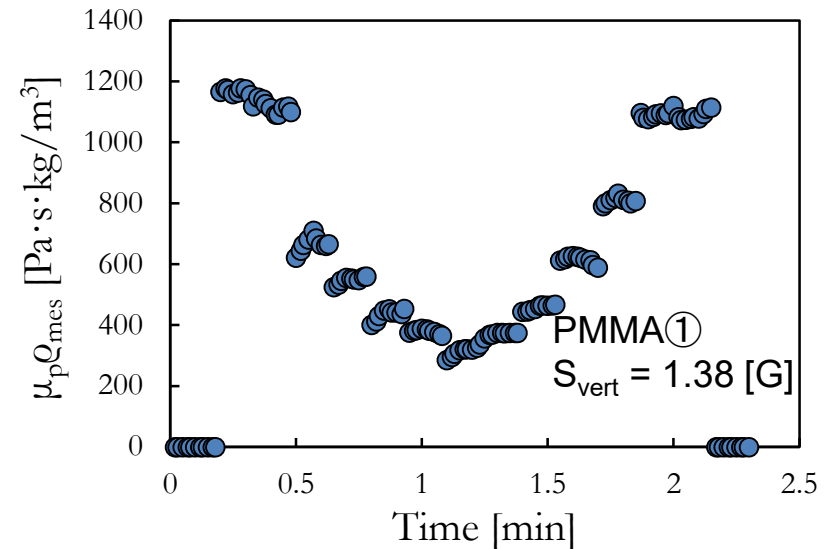
## 粉末プロテイン②

粒子径  $D_{p50}$  [ $\mu\text{m}$ ] : 177.5

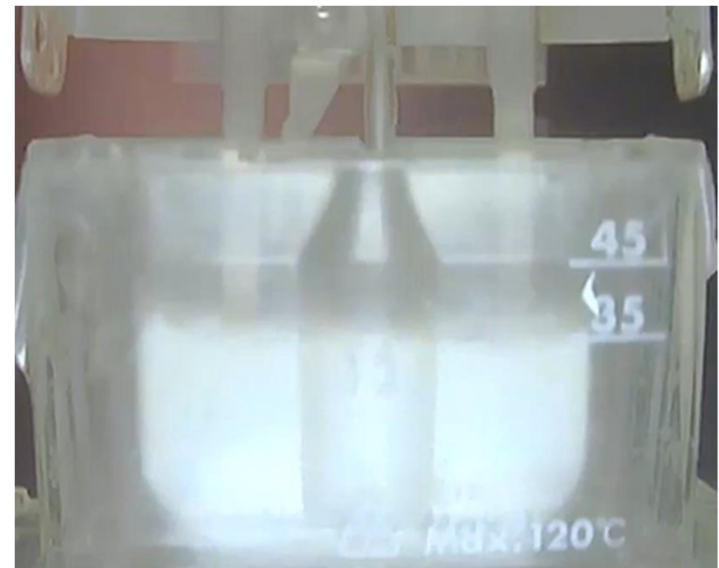


# 測定値から見かけ粘度への変換

	測定値
液体	$\mu_0$ (見掛け粘度×密度)
粉体	$\mu_p \rho_{mes}$ (見掛け粘度×測定時かさ密度)



粉体層表面の粒子が飛散しているが  
粉体層の体積にはほぼ変化がない  
測定中、試料粉体かさ密度は一定



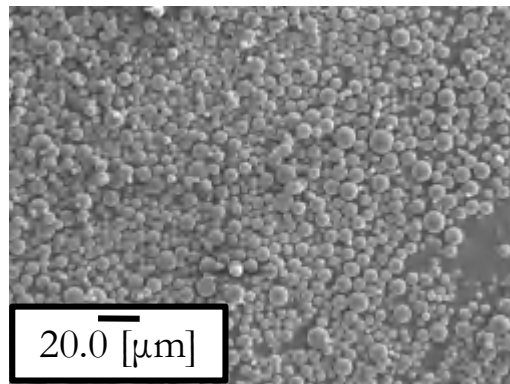
なお、測定前に加振している為

$$\rho_{mes} \text{ (測定時かさ密度)} \\ = \rho_b \text{ (かためかさ密度)}$$

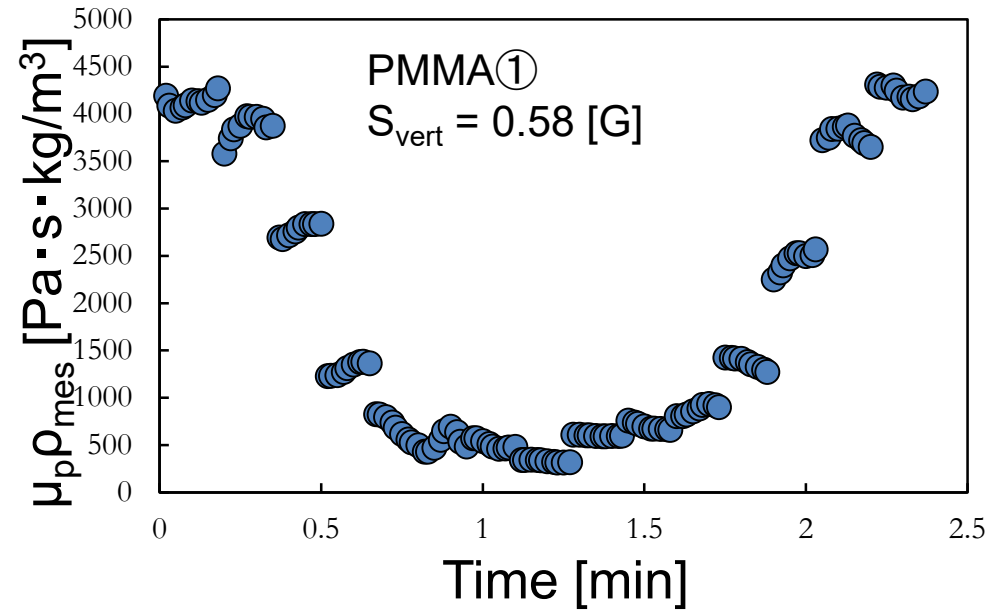
とした



# 測定値から見掛け粘度への変換 (見掛け粘度 $\mu_p'$ の算出)

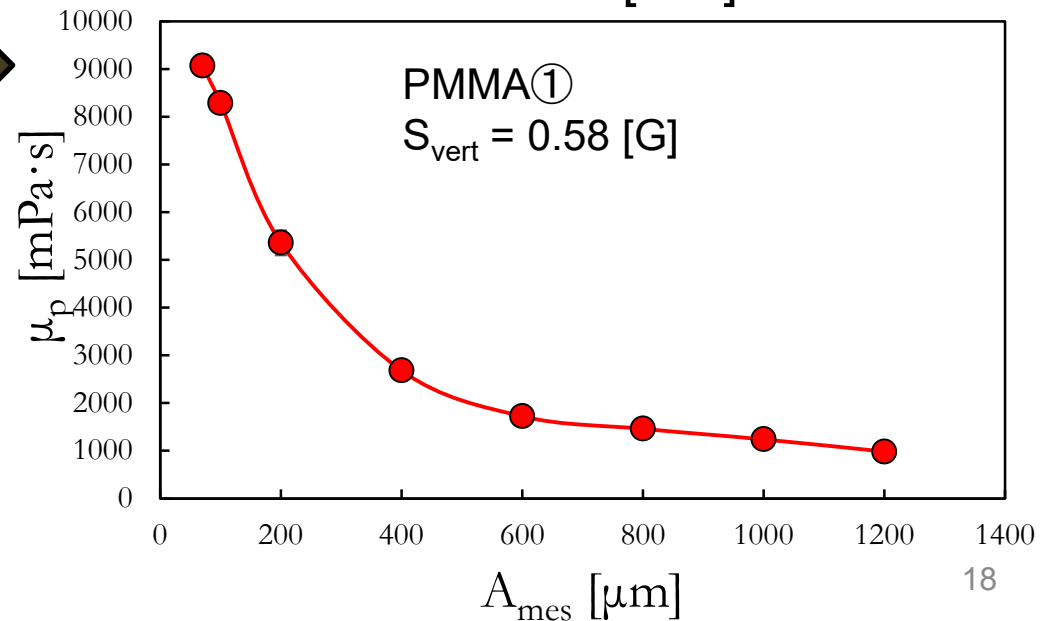


$\rho_{\text{hard}} 0.457 \text{ [g/cm}^3\text{]}$



それぞれの  $A_{\text{mes}}$  で  $\mu_p \rho_{\text{mes}}$  を平均

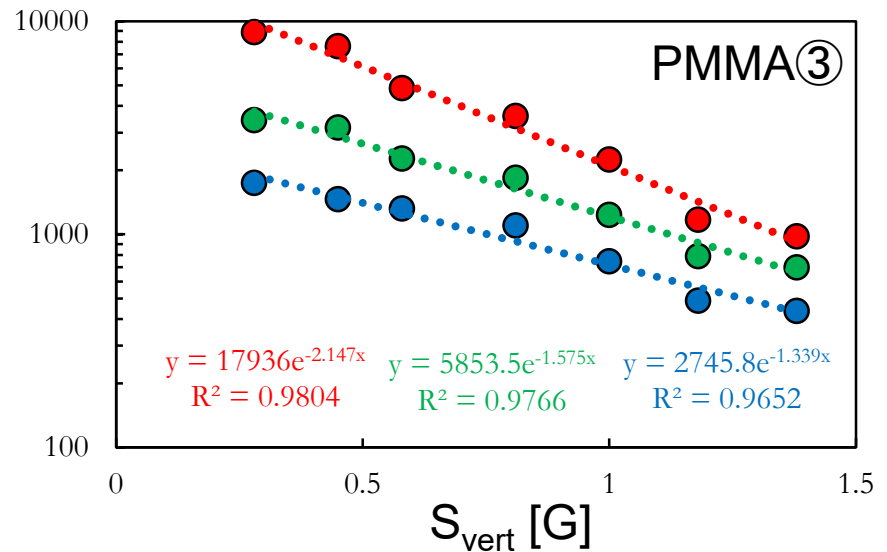
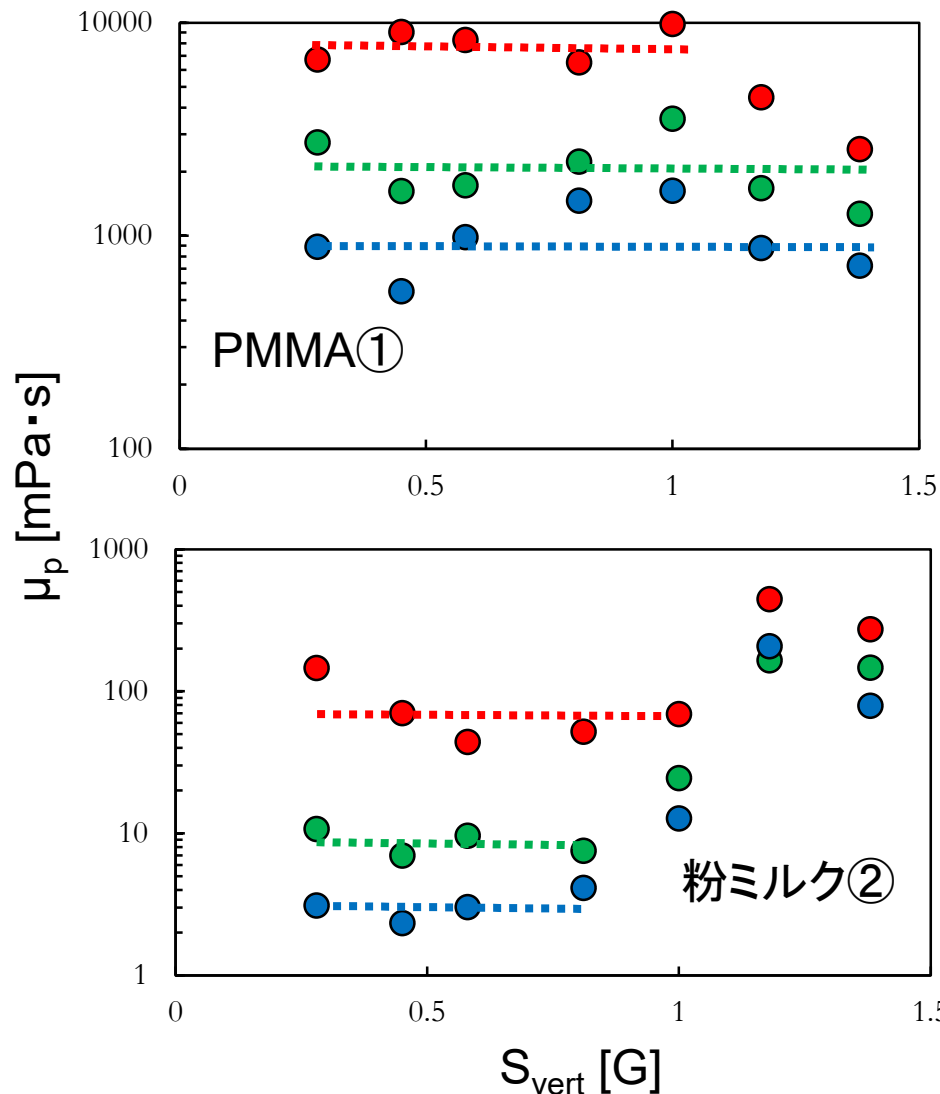
$$\mu_p = \mu_p \rho_{\text{mes}} / \rho_b$$





# 鉛直加振の無い状態 ( $S_{\text{vert}} = 0$ ) における $\mu_p'$ の導出

振動子振幅  $A_{\text{mes}}$  [ $\mu\text{m}$ ] ● 100 ● 600 ● 1200



- 鉛直加振強度が小さい範囲内で一定値をとる場合  
一定値をとる範囲内での平均値を  $S_{\text{vert}} = 0$  のときの値とした
- 鉛直加振強度の増加に対して指数関数的に変化する場合  
指数近似で外挿を行った



# 振動子振幅からせん断速度への変換

音叉振動式粘度計における  
液体のせん断速度を求める式を粉体に適用

$$D = -\sqrt{\frac{i\omega\rho_{mes}}{\mu_p}} V e^{i\omega t}$$

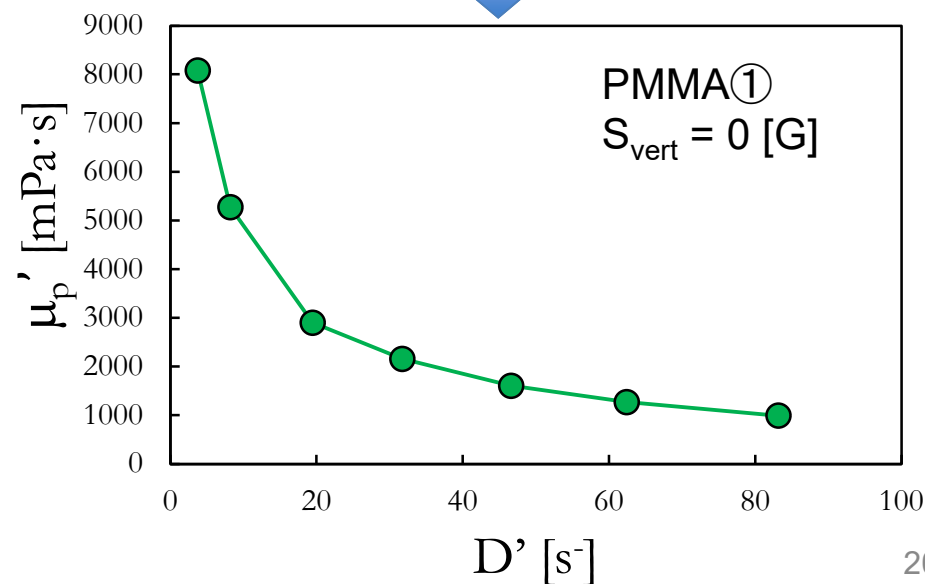
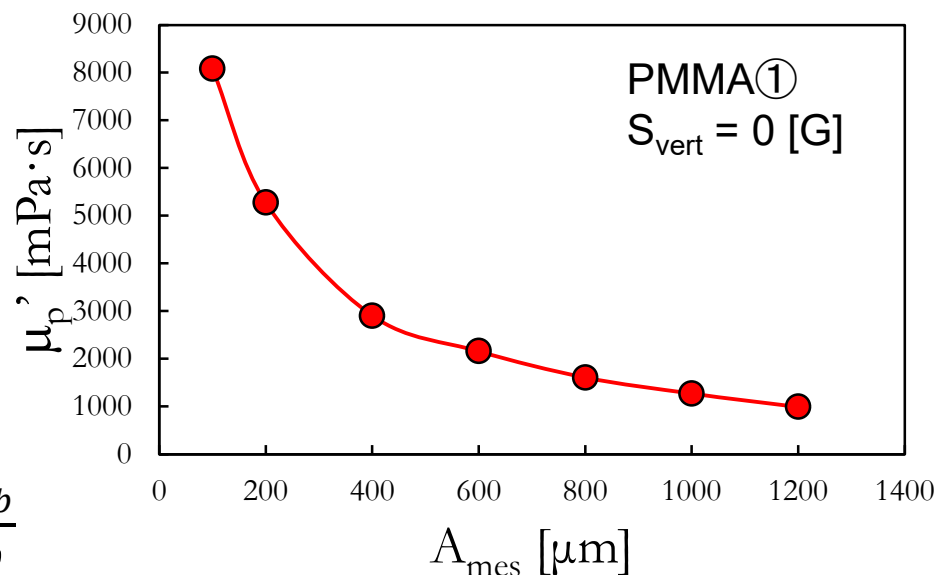
$$D' = D \sqrt{\frac{i\omega\rho_b}{\mu'_p}} V e^{i\omega t} / \sqrt{\frac{i\omega\rho}{\mu}} V e^{i\omega t} = D \frac{\rho_b}{\rho}$$

$\omega$  : 振動子の角振動数 [Hz]

$V e^{i\omega t}$  : 振動子の振動速度 [m/s]

$\rho$  : 水の密度 [kg/m<sup>3</sup>]

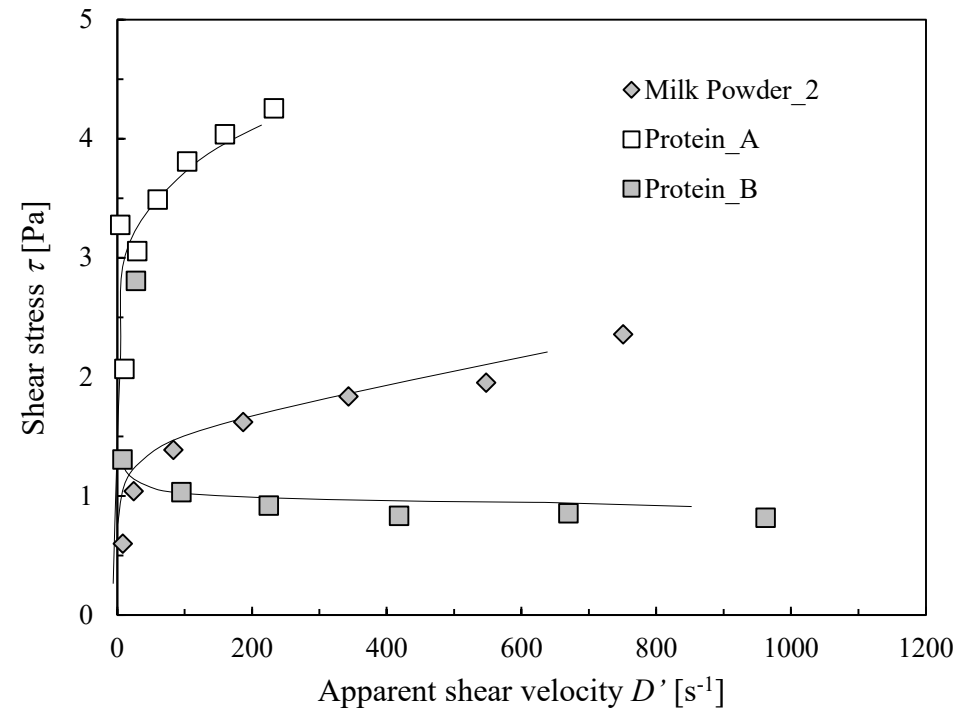
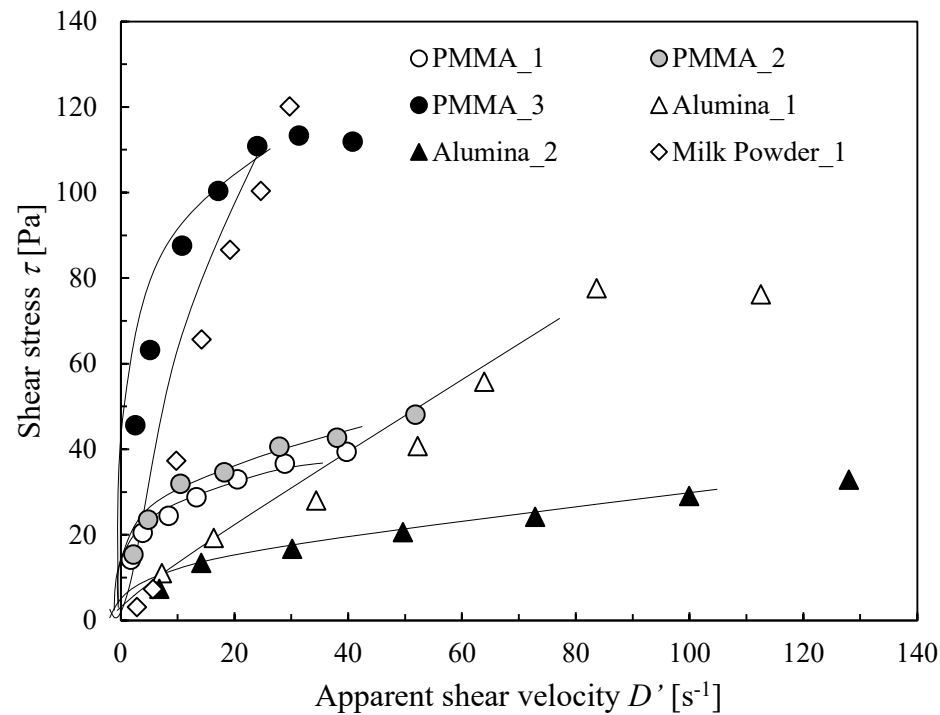
$\rho_b$  : 粉体のかためかさ密度 [kg/m<sup>3</sup>]



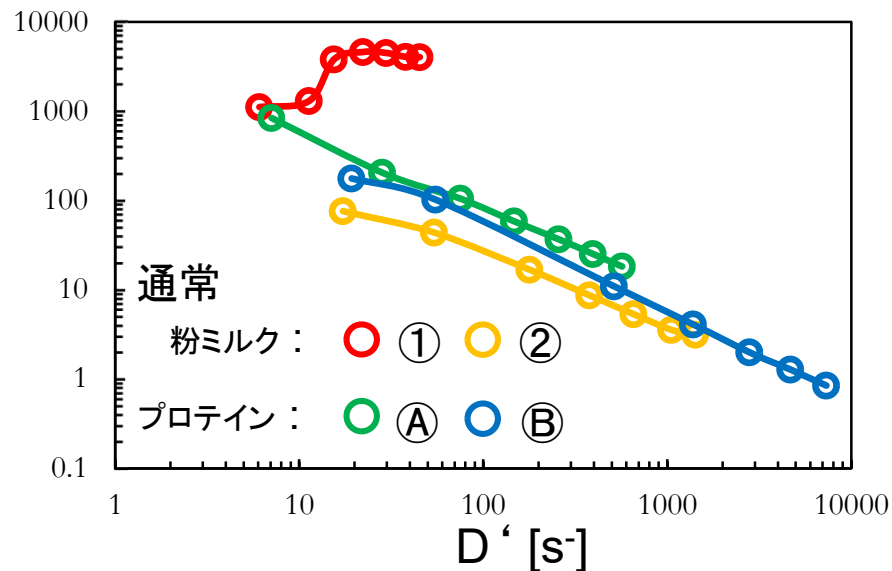
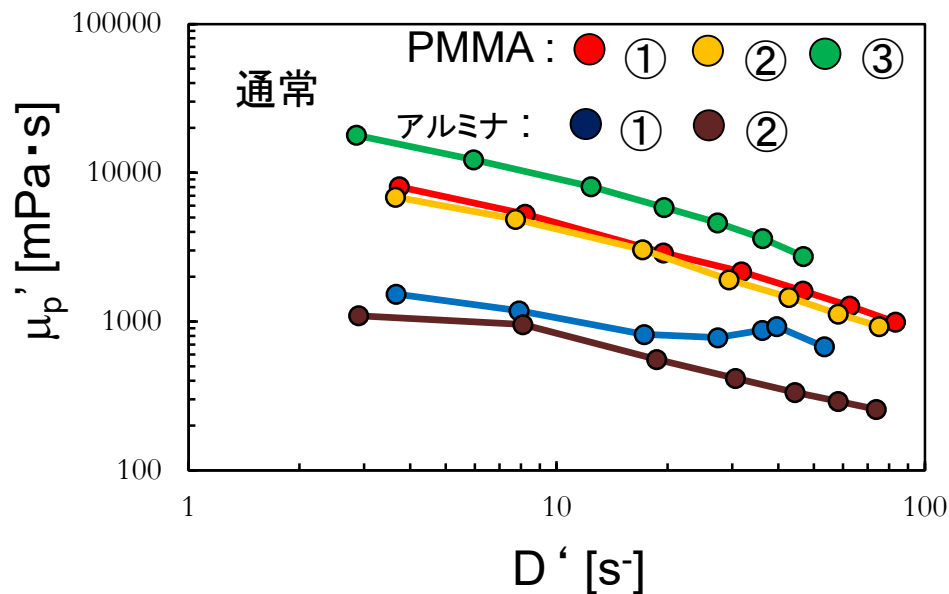
川田裕朗. “粘度”. コロナ社, 1958, p.99-101

# 疑似流動曲線

$$\text{せん断応力 } \tau = D' \mu_p'$$



# 疑似的な粘度曲線 (Svert = 0)



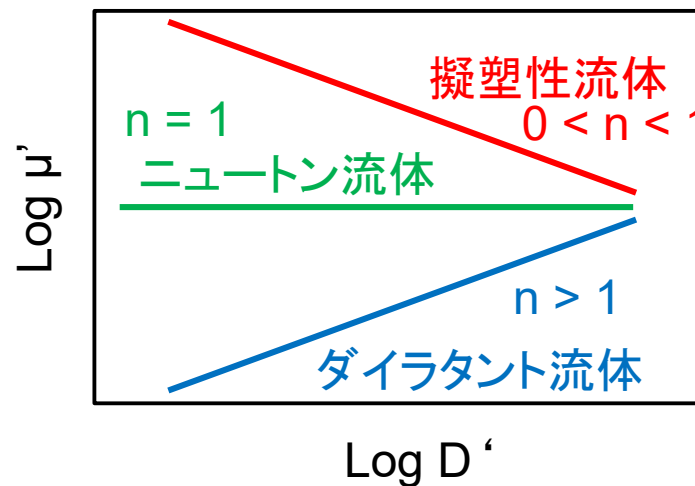
液体(べき乗則流体)の場合

$$\mu'_p = \eta_p D'^{n_p - 1}$$

$\mu'_p$ : 見掛け粘度 [mPa·s]

$\eta_p$ : 非ニュートン粘性係数 [mPa·s]

$n_p$ : 粘性指数 [-]



液体と同様に扱える?



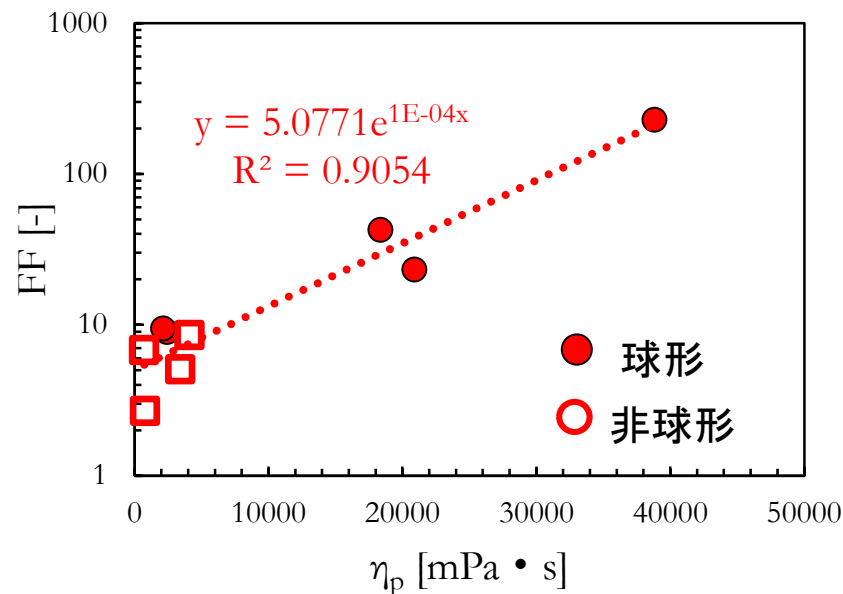
# 粘度式から得られる流動性指標

	Median diameter	Bulk density	Index of apparent viscosity	
	$x_{50}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$\rho_b$ [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]	$\eta'_p$	$n_p$
PMMA_1	7.51	0.457	12483	0.32
PMMA_2	12	0.594	12931	0.341
PMMA_3	50.1	0.732	35963	0.338
Alumina_1	10	2.13	2400	0.743
Alumina_2	21	2.08	3358	0.47
Milk Powder_1	202	0.56	596	1.6472
Milk Powder_2	222	0.543	391	0.269
Protein_1	151	0.392	2166	0.116
Protein_2	178	0.315	2657	-0.177



# 他の試験法による流動性指標との比較

	通常		FT4				
	$\eta_p$ [mPa·s]	$n_p$ [-]	安息角 [°]	圧縮度 [%]	Cohesion [kPa]	FF [-]	AIF [°]
PMMA ①	20899	0.327	60	13.7	0.18	23.3	23.95
PMMA ②	18371	0.323	20	4.3	0.07	42.6	23.3
PMMA ③	38818	0.342	35	10.5	-0.03	229	20.5
アルミナ ①	2417.5	0.645	40	12.1	0.47	8.98	22.55
アルミナ ②	2146.9	0.518	40	14	0.44	9.47	20.9
粉ミルク ①	720.85	1.243	45	16.7	0.61	6.78	42.8
粉ミルク ②	777.42	0.239	45	28.8	1.52	2.68	48.57
粉末プロテイン ①	4117.7	0.146	55	30	0.52	8.53	34.55
粉末プロテイン ②	3416.3	0.069	65	30.8	0.94	5.07	31.25

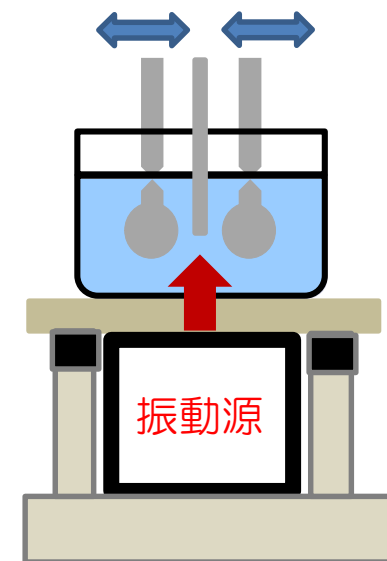


非ニュートン粘性係数とせん断試験から得られるFlow Factorとは相関がみられた

## 結 言

一般的に液体の粘度測定で用いられる音叉振動式粘度計を用いて、粉体の見掛け粘度値測定を試みた。その結果、以下の知見が得られた。

- 粉体では、振動子の運動により粉体が圧密され、**振動子と粉体の接触が保たれない**場合がある。そこで、**測定セルに鉛直振動を加える**ことにより、ミクロンオーダーから数十ミクロンの粉体については安定した測定が可能となる。
- 鉛直加振して得られた測定結果を外挿することで、**加振をしない場合の見かけ粘度を推定**し、粘度式を当てはめることで、**非ニュートン粘性係数  $\eta_p$  および粘性係数  $\eta_0$  を流動性の指標として定義**することができた。



↑  
粉体が流動化していれば（＝運動状態にあれば），鉛直加振無しでも安定した測定可能か？

＝プロセス内での流動状態（流速とか、できれば流量とか）のセンサーに使えるか？



ご清聴ありがとうございました！