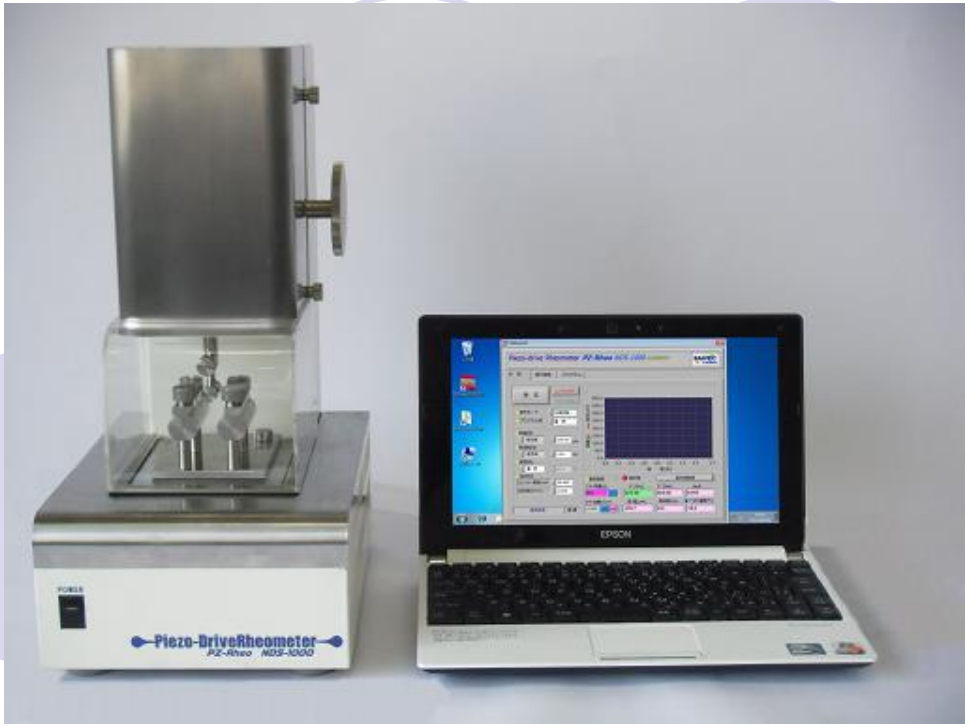
普及型粘弾性測定装置の開発

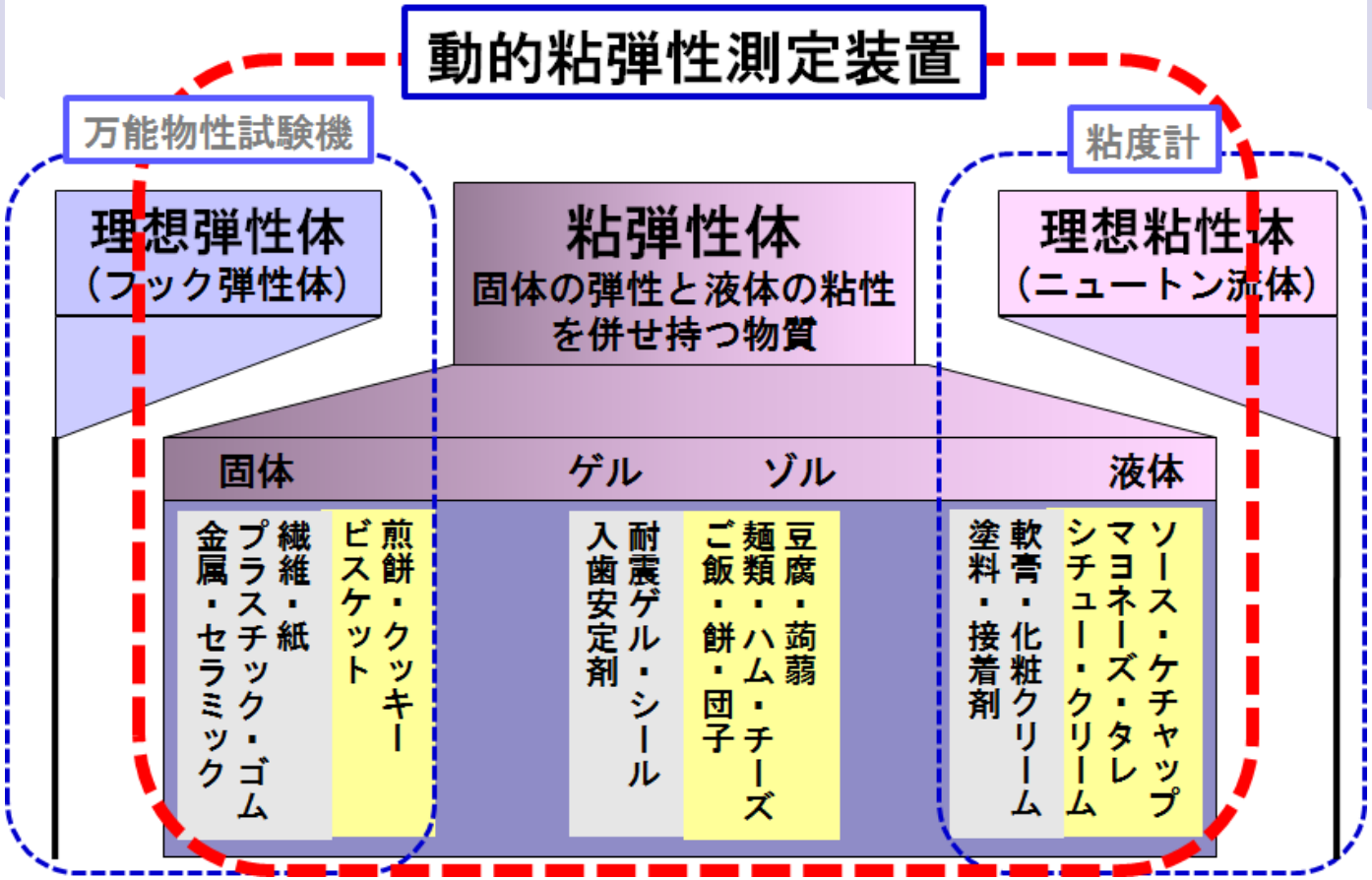
～小型、高機能で簡便、低価格な品質評価ツール～



ピエゾ式動的粘弾性測定装置 PZ-Rheo

早稲田大学環境総合研究センター　SysCom

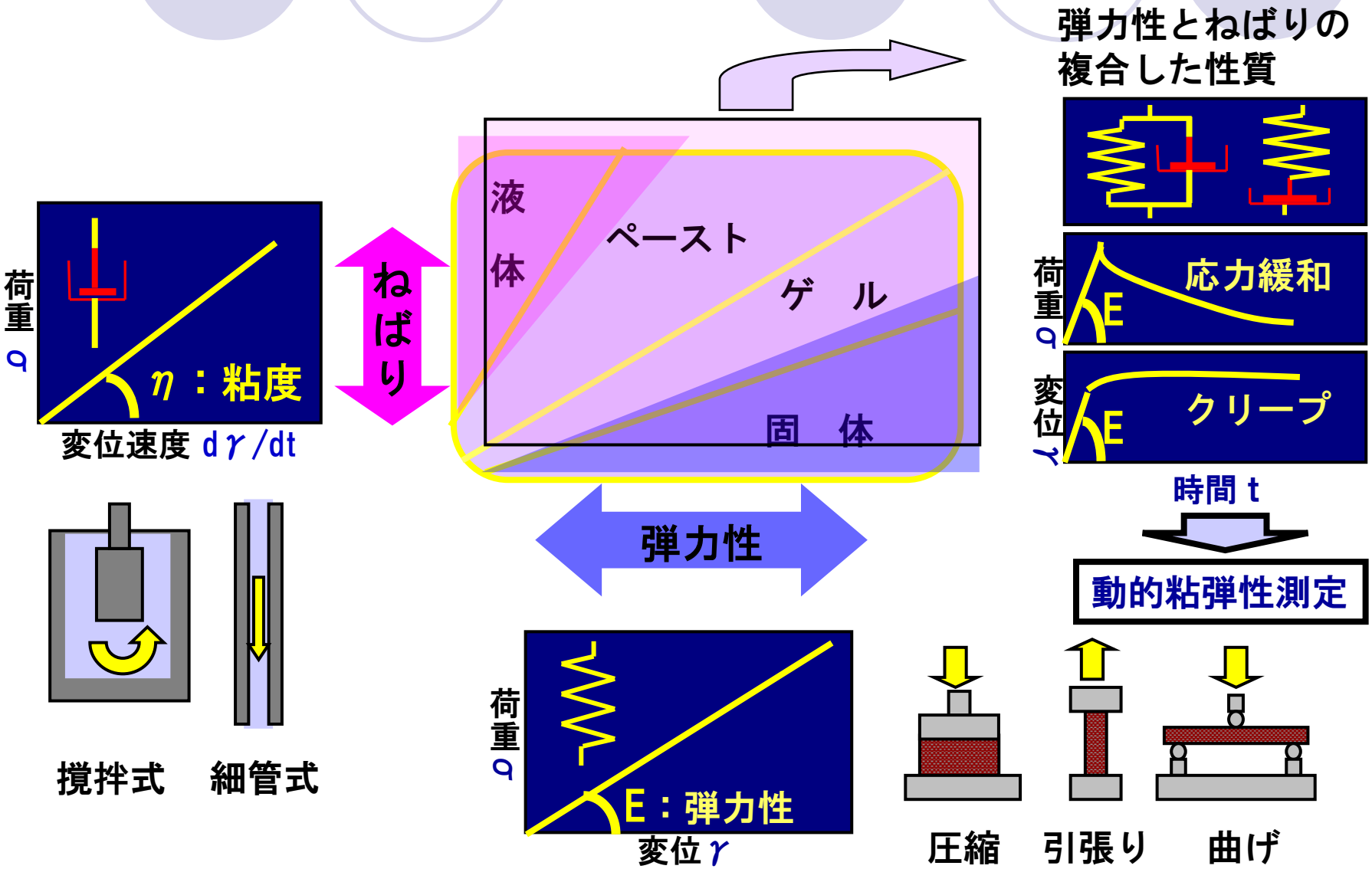
各種分野における粘弾性測定の利用



品質管理、製品開発における物性の数値評価

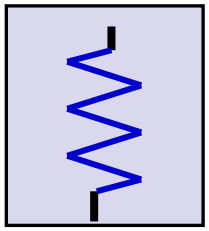
品質の安定化・高品質化
カンによらない客観的・永続的な品質指標

物質状態と力学特性評価



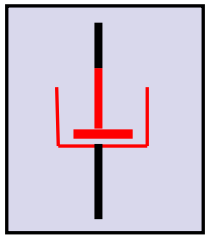
動的粘弾性測定の原理

固形物

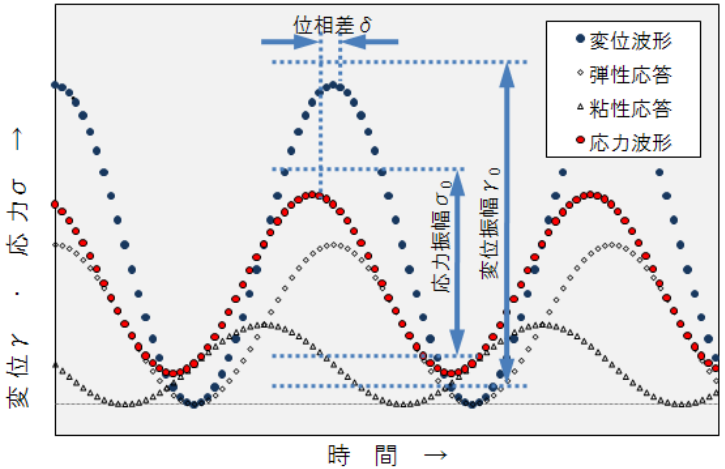


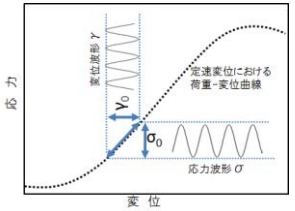
スプリング
変位に応じた応力

液体

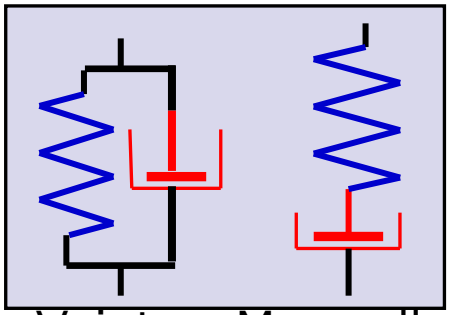


ダッシュポット
変位速度に応じた応力





両方の性質を有する粘弾性体



Voigt　　Maxwell

粘弾性体のモデル

Maxwell　変位→応力
Voigt　荷重→変位

粘弾性体に正弦波形の変位を加えたときの応力応答

- ●γ_1（スプリングによる弾性成分の応答）→　変位に対応（同位相）
- ●γ_2（ダッシュポットによる粘性成分の応答）→ 変位速度に対応（π/2進）

↓

弾性成分と粘性成分が加算された正弦波形（位相の異なる波形の和）

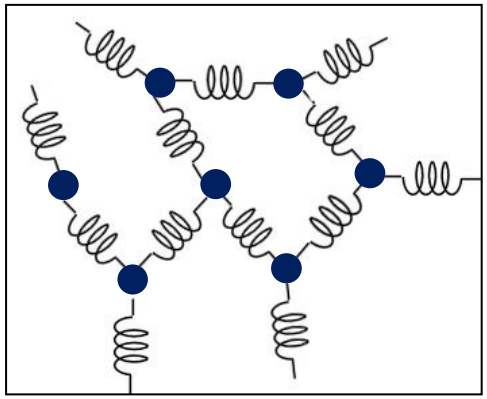
↓

数学的に粘性係数と弾性係数を算出可能

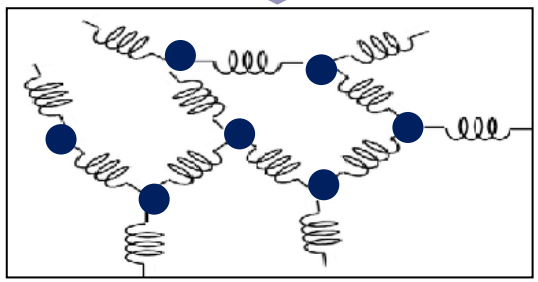
変位を限定した微小振動による非破壊測定
粘性と弾性を同時に取得
液体から固形物まで同一指標により評価

粘弾性の概念

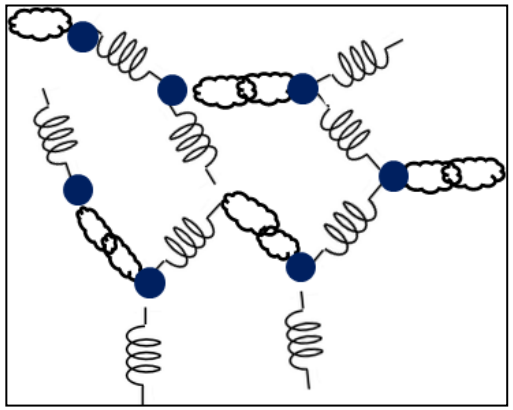
弾性体
（フック弾性体）



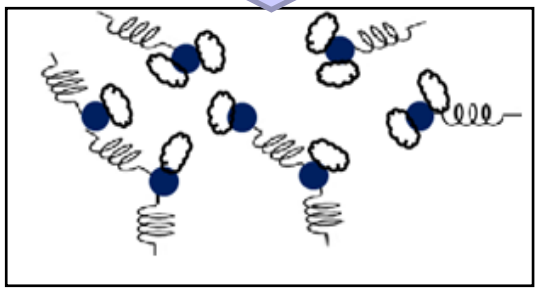
可　逆



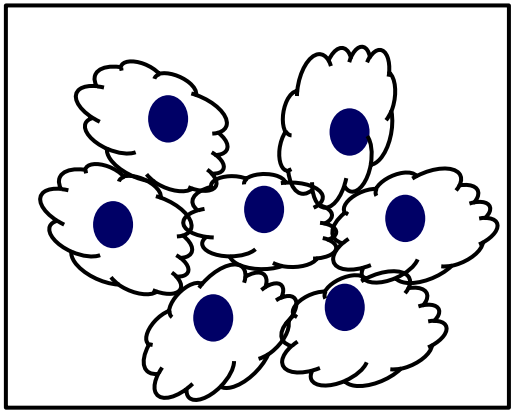
粘弾性体



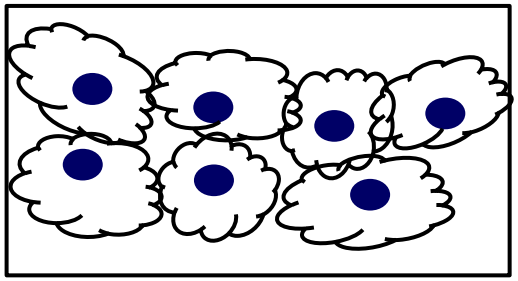
部分可逆



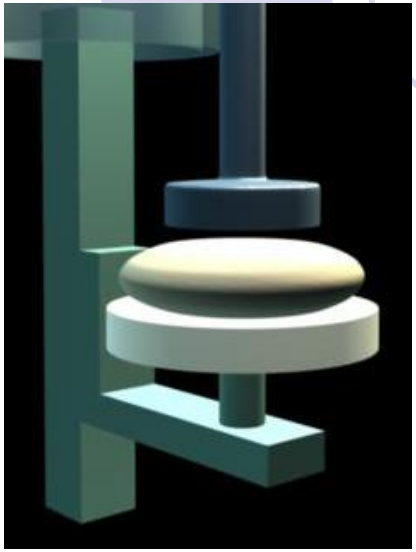
粘性体
（ニュートン流体）

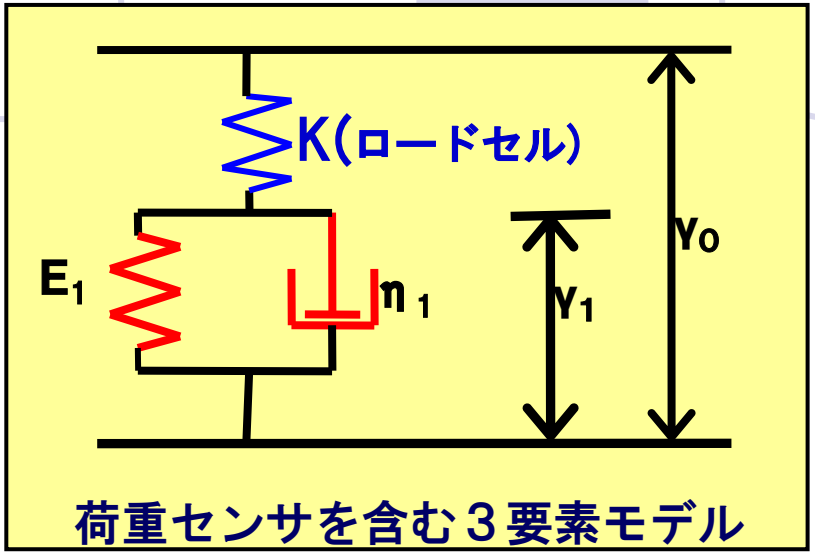


不可逆



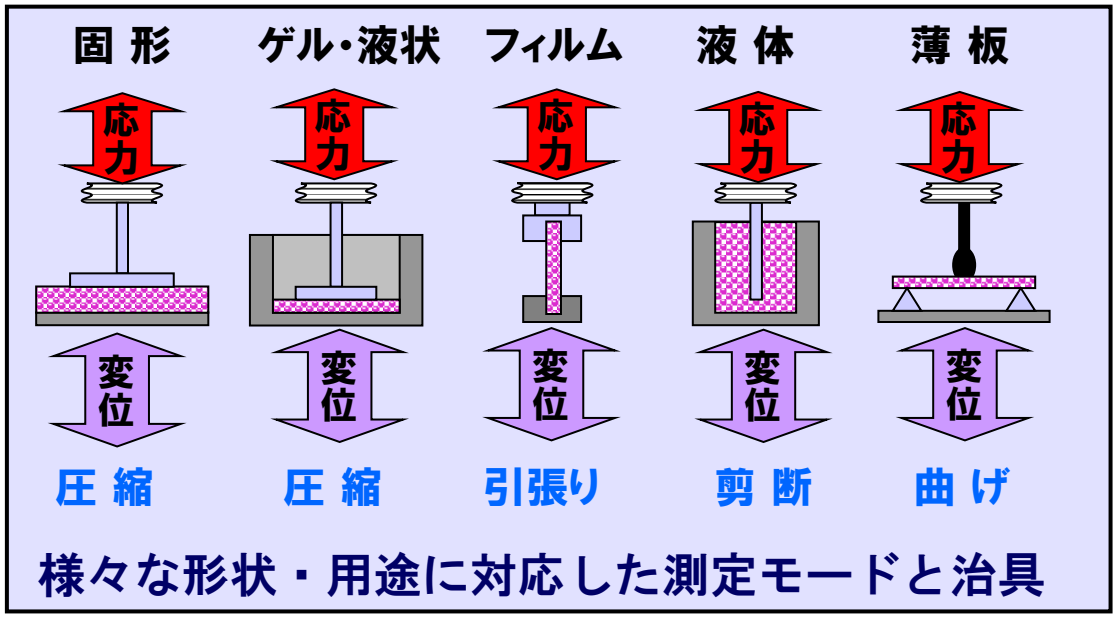
粘弾性解析(ロードセル補正）及び測定モード





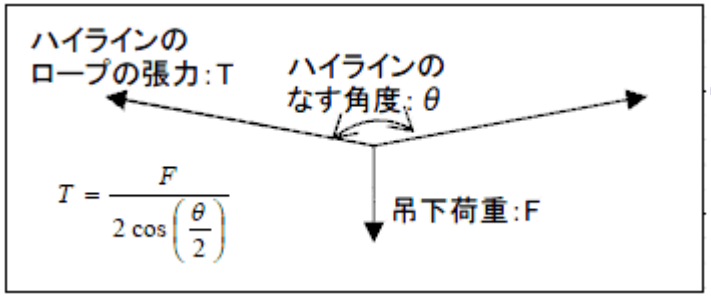
小片、硬い試料も正確に解析

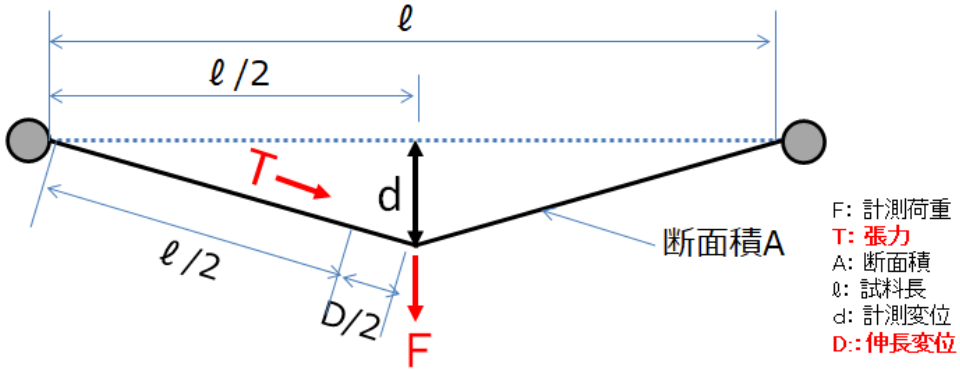
ピエゾ式の場合、
変位拡大機構がバネ要素

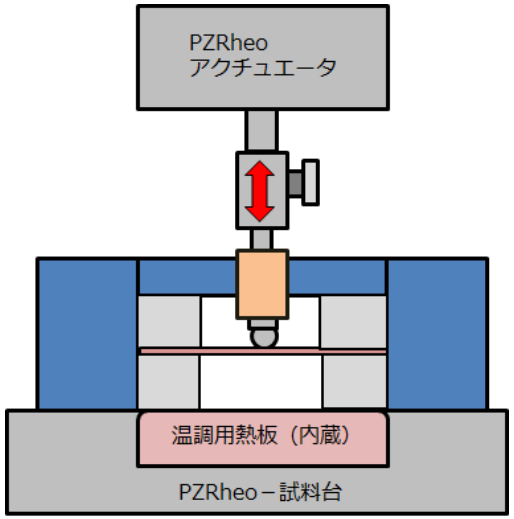


用途に応じた実用的評価

回転振動による測定機構
も開発中





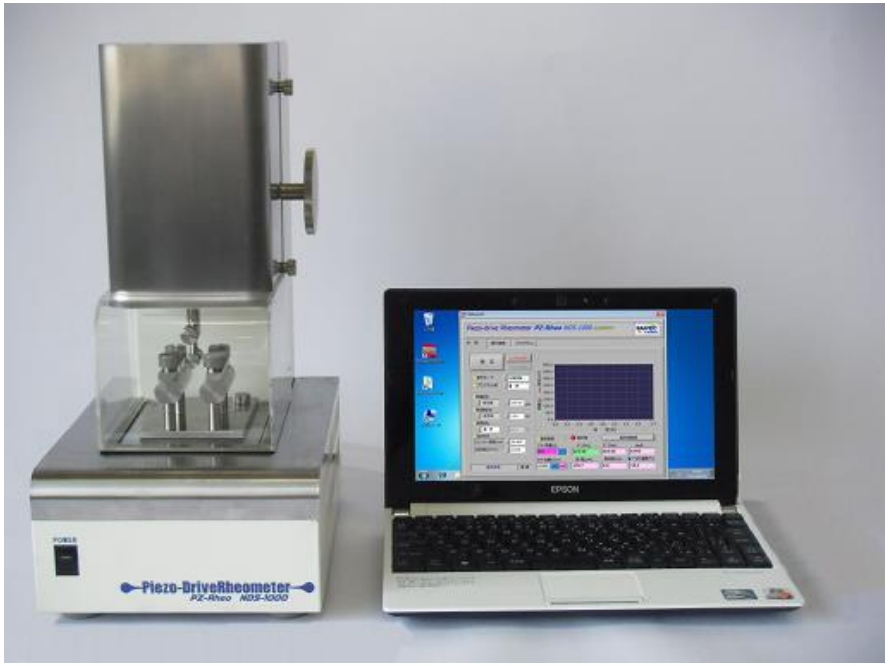


引張り変位： $D/2=[(\ell^2+4d^2)^{1/2}-\ell]/2$　　d:押込み量

引張り荷重：$T=F\times[1+(\ell/2d)^2]^{1/2}]/2$　　F:押込み荷重

$$\text{複素弾性率}：E^* = \frac{T/A}{D/\ell} = \frac{F\times[1+(\ell/2d)^2]^{1/2}}{A\times 2[(1+(2d/\ell)^2)^{1/2}-1]}$$

粘弾性測定装置の外観と機能



PZ-Rheo 測定機能

駆動方式
　ピエゾ素子（拡大機構付、直線振動及び回転振動）
　駆動力　20N

測定モード

直線振動時	回転振動時
圧縮試験	平行円板式剪断試験
引張り試験	円錐円板式剪断試験
曲げ試験	共軸円筒式剪断試験
剪断試験	捻り式（円柱、短冊）

振動条件
　周波数：1～5Hz
　振幅　：50～1000μm(直線振動),0.5～5°（回転振動*）

温度条件
　空冷式ペルチェ冷熱制御：-20～100℃
　セラミックヒータ：室温～200℃

プログラム測定

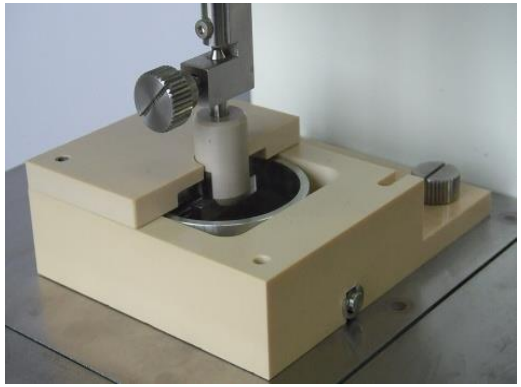
振幅分散プログラム	＊条件組合せプログラム
周波数分散プログラム	振幅ー周波数
温度分散プログラム	温度ー周波数
時間分散プログラム	温度ー時間

各種用途に対応した測定治具

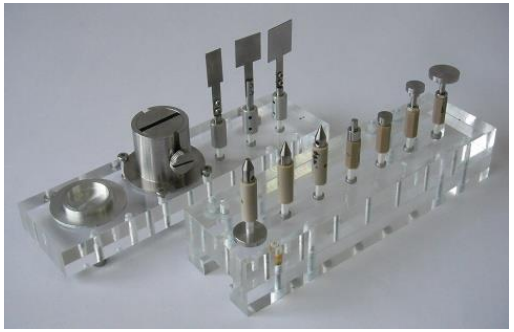
低温剪断試験用
（-20～100℃）

室温引張り試験用
（室温）

低温曲げ圧縮試験用
（-20～100℃）



低温回転振動試験用
（-20～100℃）

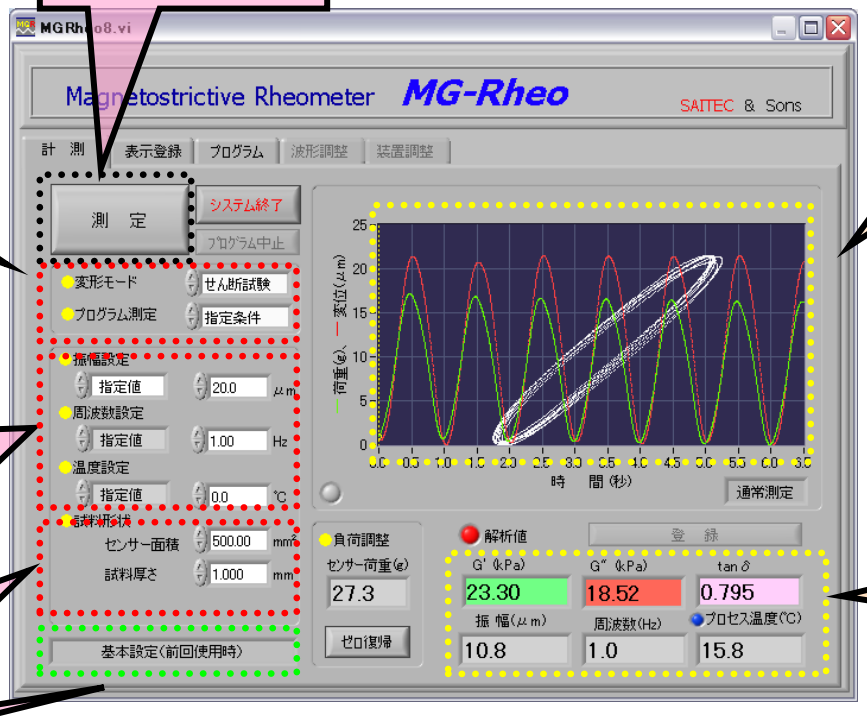


試料や用途に応じた
各種プランジャー

ユーザーの視点で開発した簡便な計測画面

変形モードの設定
圧縮・引張り
・剪断・曲げ
測定モードの設定
指定条件・連続、
ステッププログラム

測定開始



計測波形の表示
結果の適否判断

測定条件の設定
振幅・周波数設定
連続・ステップ
プログラム条件
温度・周波数・振幅

試料形状値の設定
変形モードに対応した枠

測定粘弾性値の表示

ユーザー設定保存

測定操作 ・・・・ 10～30秒

条件設定 ⇨ **開始ボタン** ⇨ **結果表示** ⇨ **登　録**

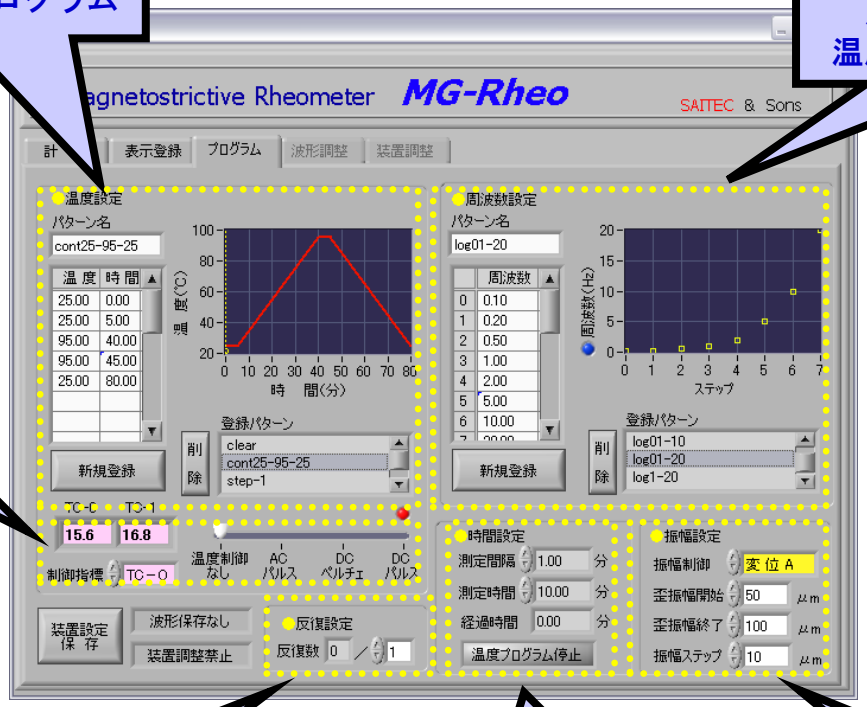
プログラム運転のときは自動登録

多様な解析が可能なプログラム測定画面

温度プログラム設定
連続・ステッププログラム

周波数プログラム
ステッププログラム
温度プログラムとリンク

温度調節
直･交流パルス制御出力
抵抗線、ペルチェ制御



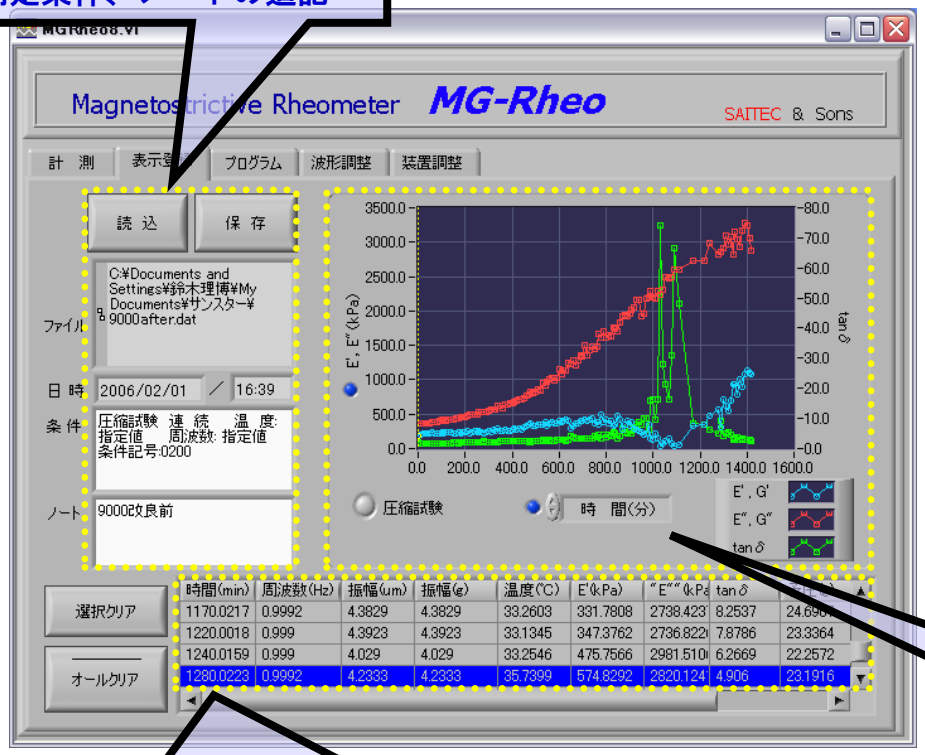
反復設定
ステッププログラム
とリンク

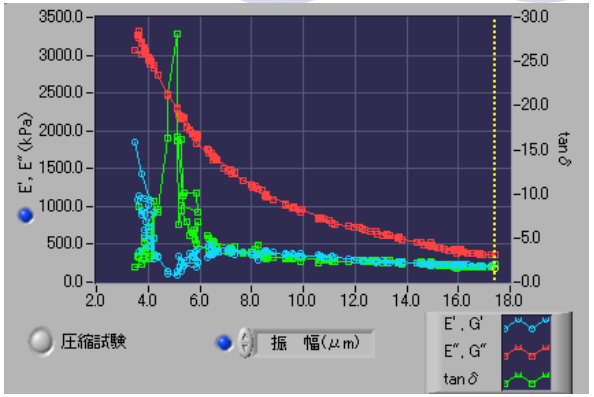
連続測定
経時変化、温度
プログラムとリンク

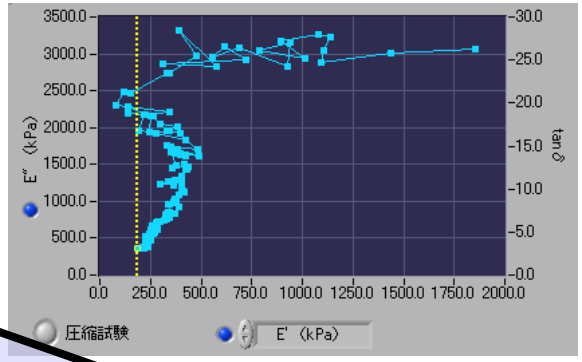
振幅設定
変位振幅・応力振幅
増減プログラム可

物性の解析を容易にする測定結果表示画面

データの保存・読込
表計算プログラムで読込化
測定条件、ノートの追記



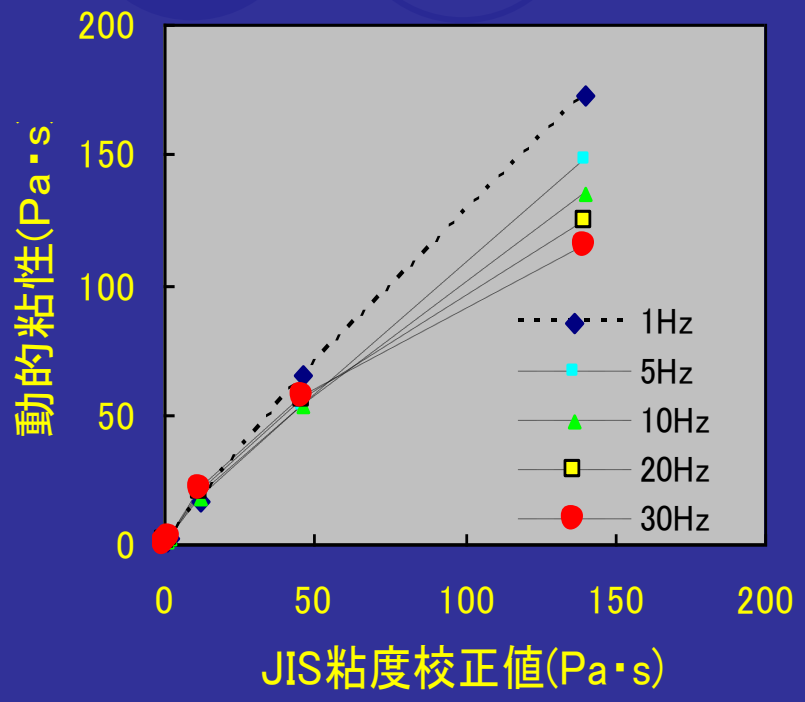


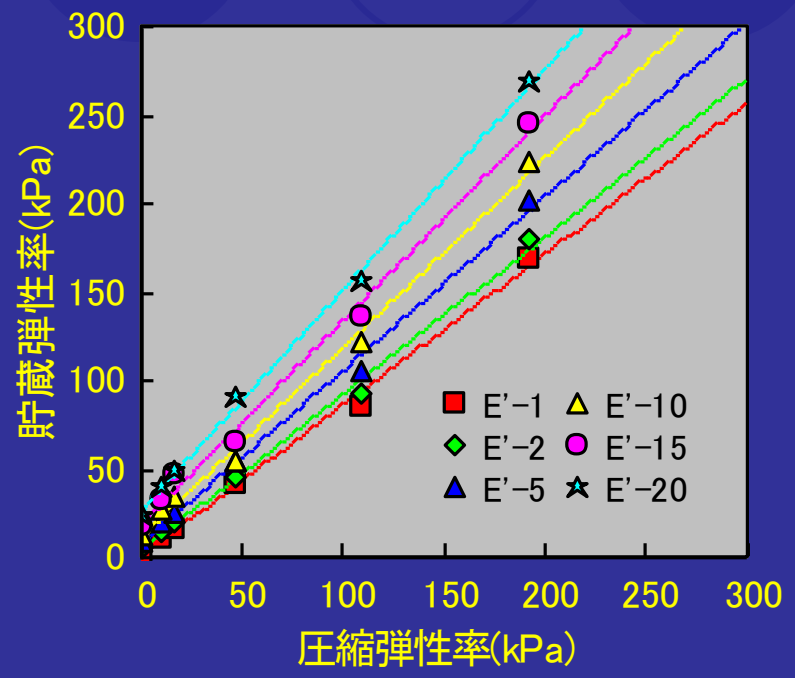


粘弾性値及び測定データを登録表示
各ポイントの波形データを表示して確認

表示モード変更による解析
経時変化、温度変化
周波数依存、振幅依存

動的粘弾性測定と従来法の関係

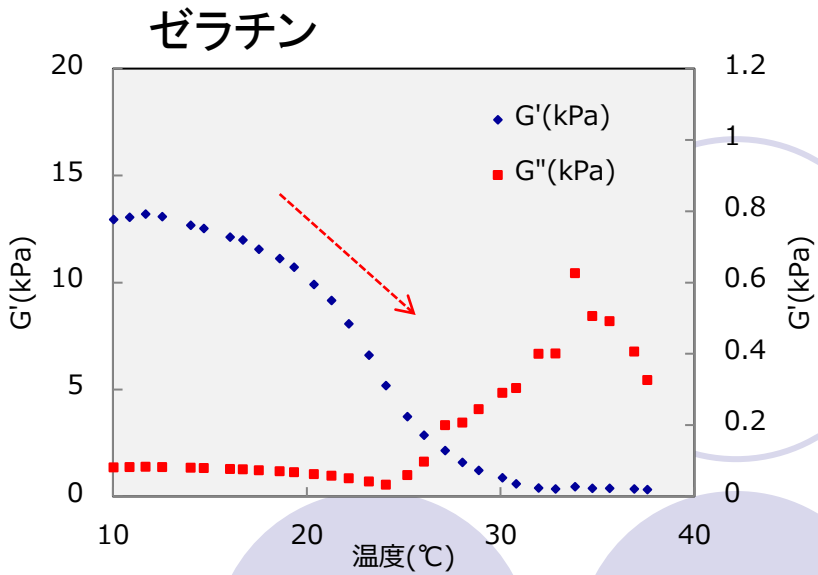


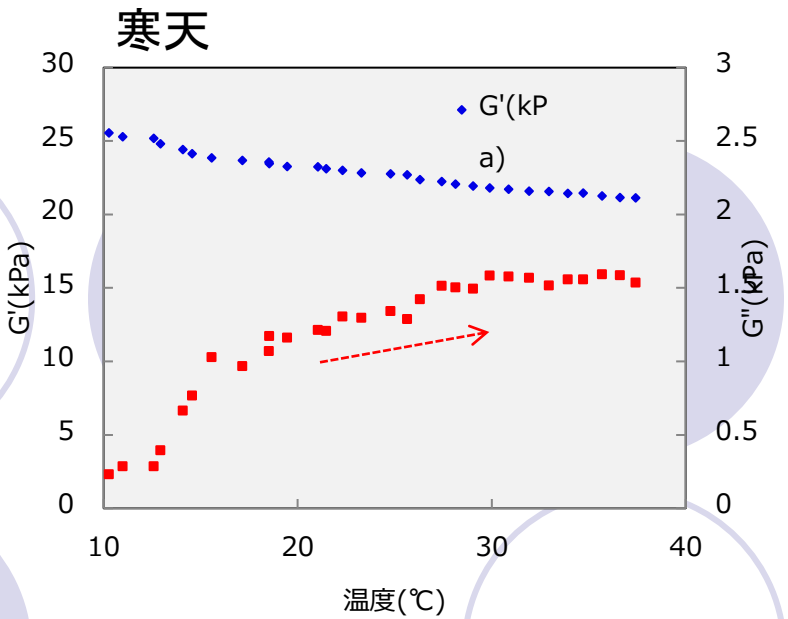


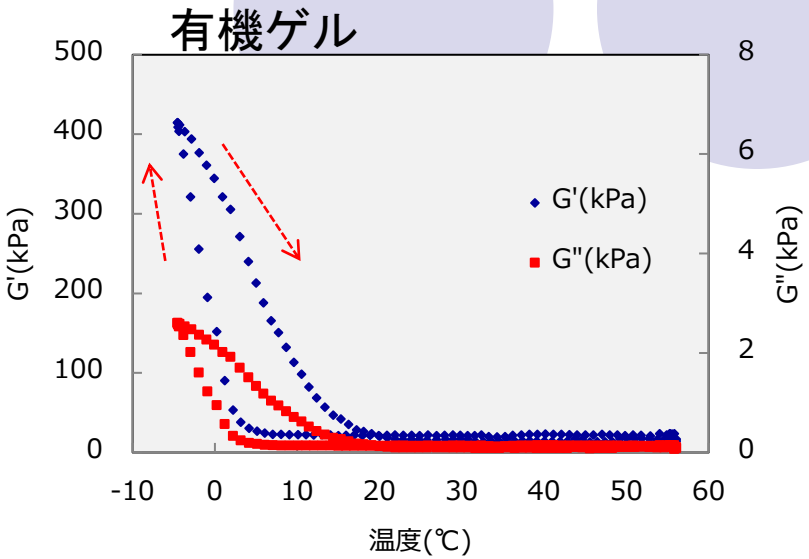
JIS粘度計校正用標準液の動的粘性
（η′=G″/ω、60μm）

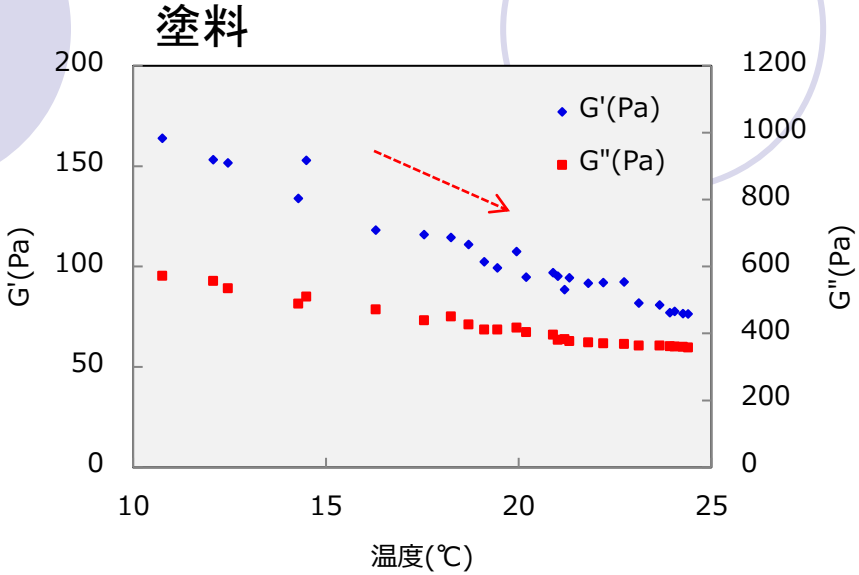
シリコンゲルの貯蔵弾性率E′

各種ゲルの加熱時粘弾性変化



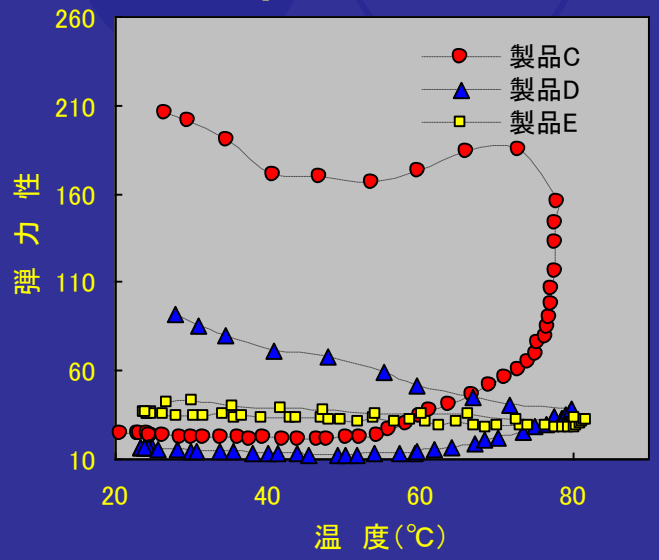




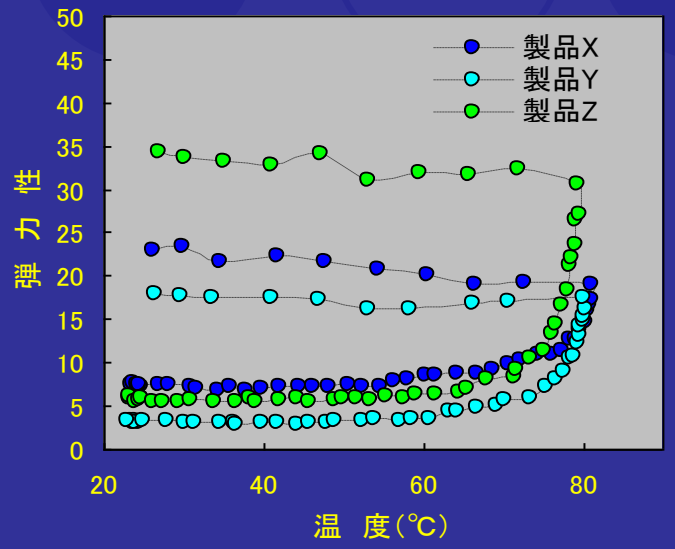


液状調味料の粘弾性

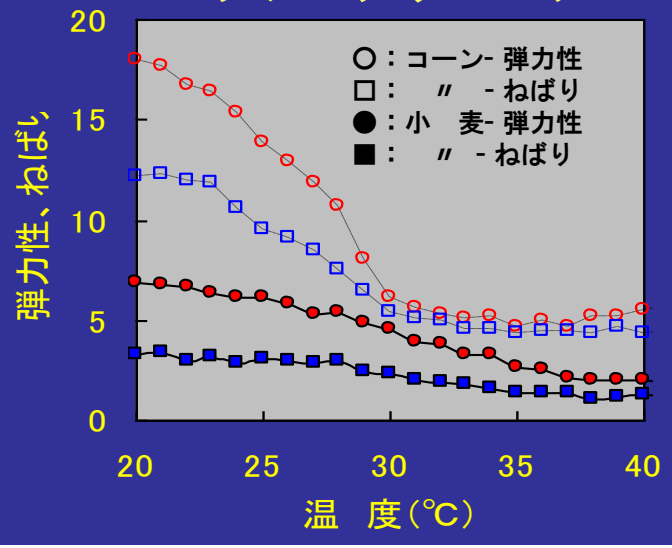
マヨネーズ



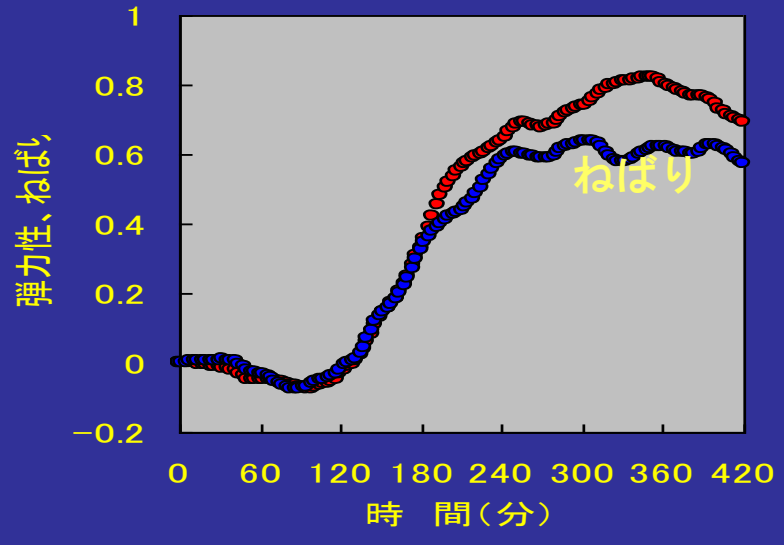
ケチャップ



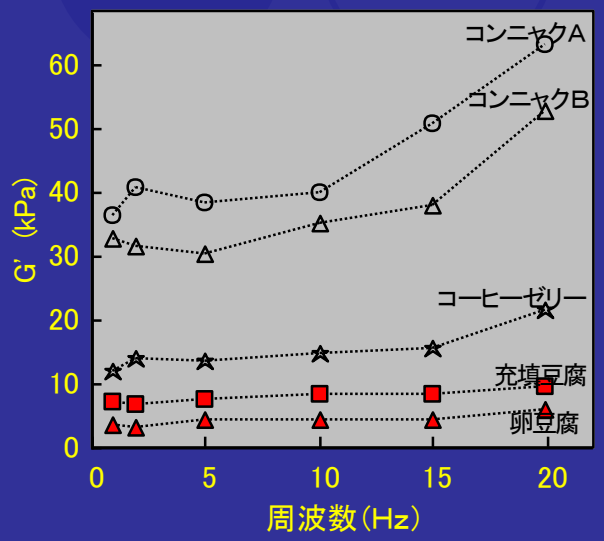
コロッケのクリームソース

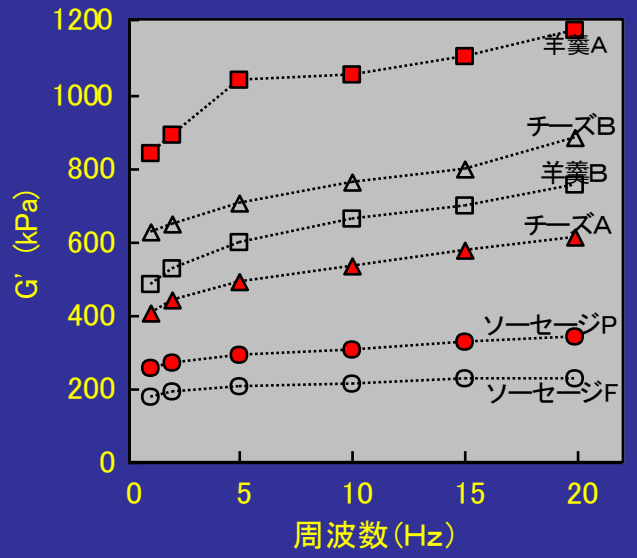


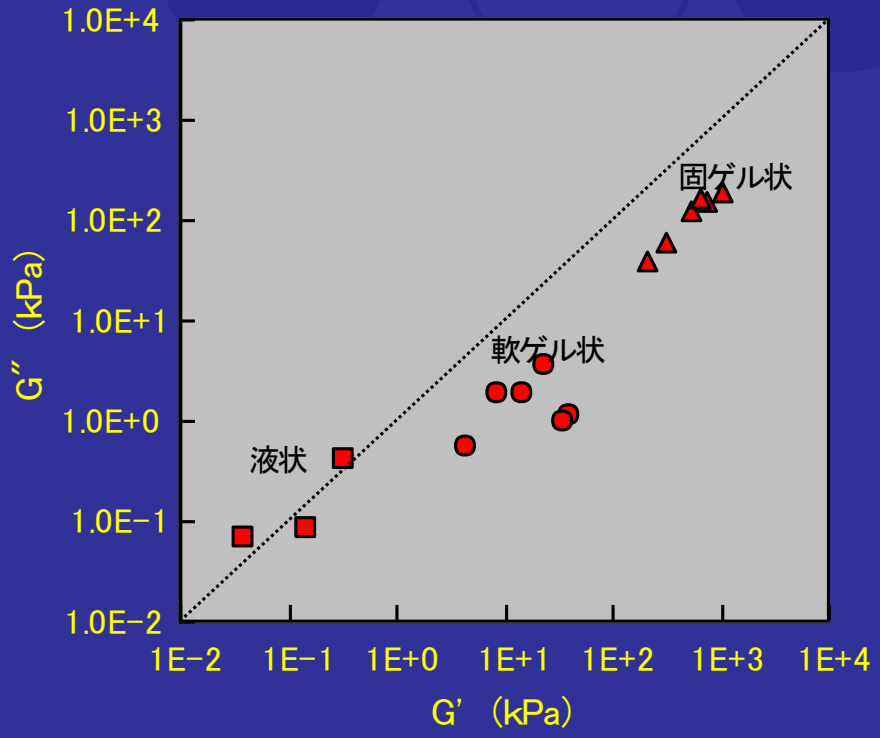
ヨーグルトの発酵過程



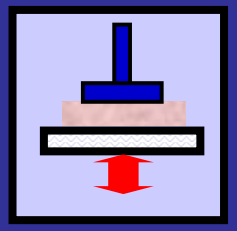
各種食品の動的粘弾性







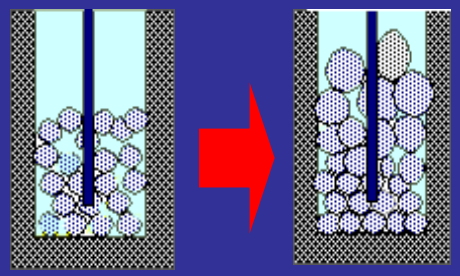
粘弾性マッピングによるテクスチャーの特徴づけ



圧縮モード

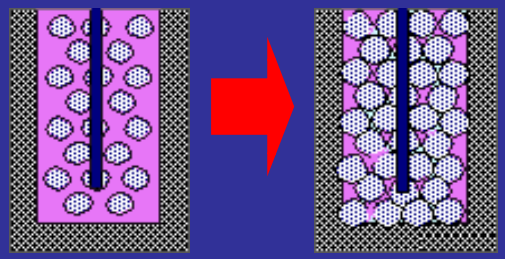
デンプン及びデンプン原料の粘弾性

水中での加熱



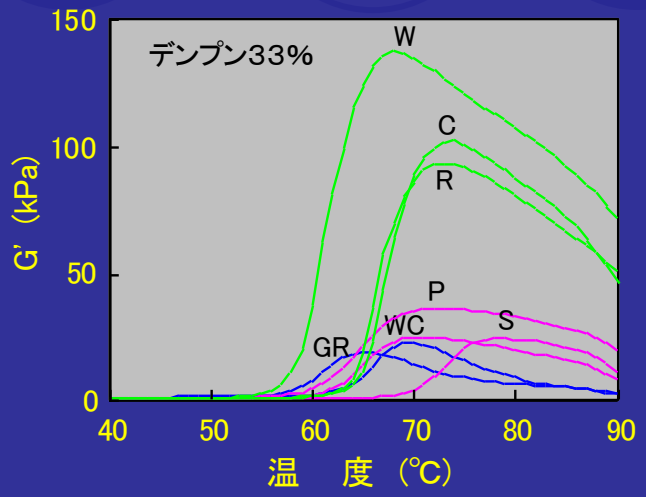
沈殿したデンプンは不均質な膨潤

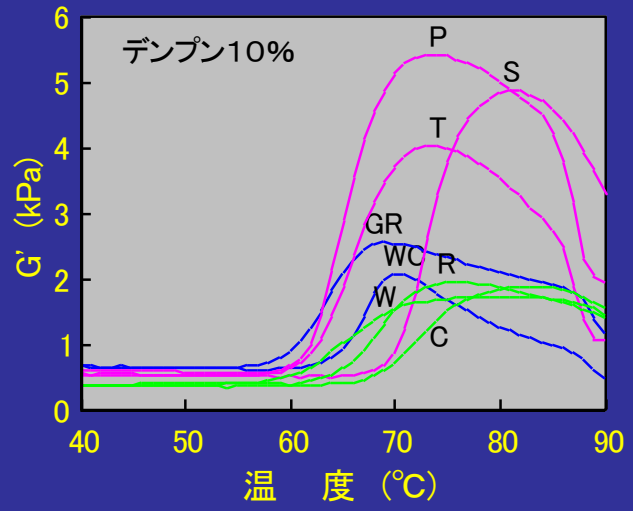
ゲル中での加熱



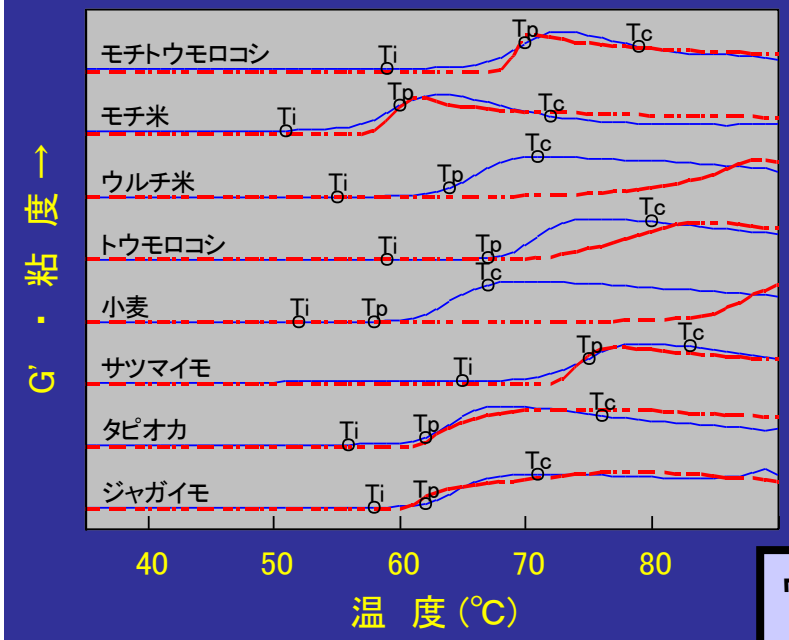
均一な状態で糊化し均質なゲル形成

糊化に影響せず、熱安定性の高いゲル
（キサンタンゲル）

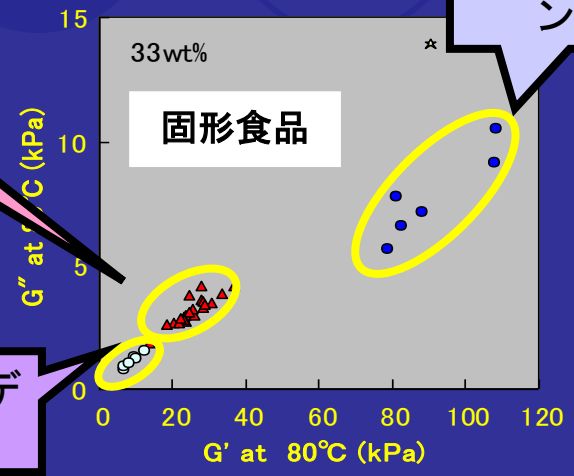


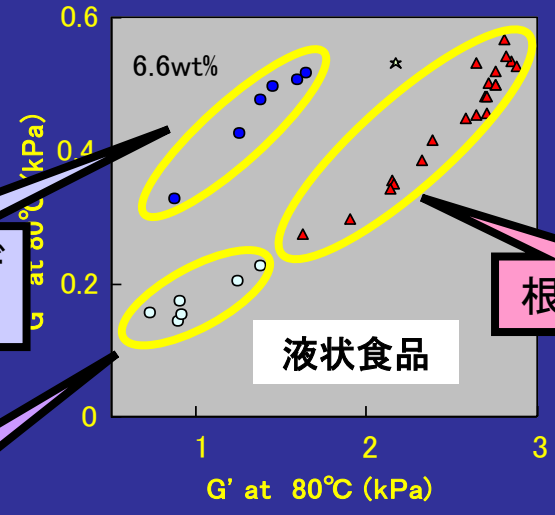


ゲル分散動的粘弾性測定(GDVM)による デンプン、穀粉の評価



ＤＳＣと同等の糊化温度検出





根茎デンプン

ウルチ種子デンプン

モチ種子デンプン

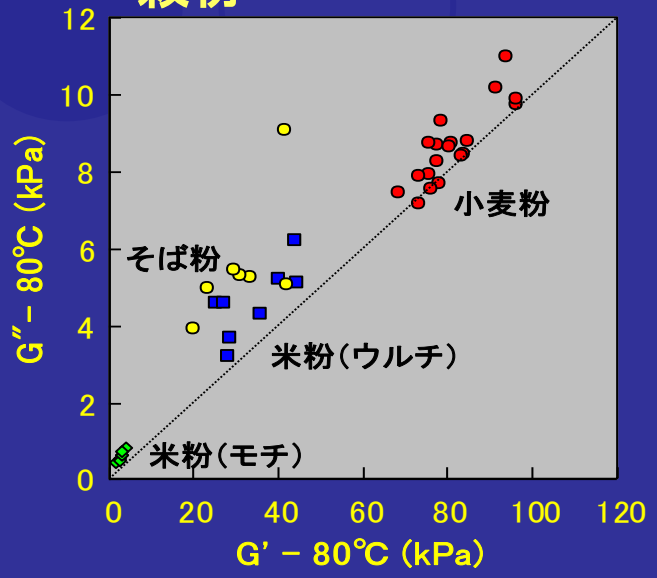
ウルチ種子デンプン

根茎デンプン

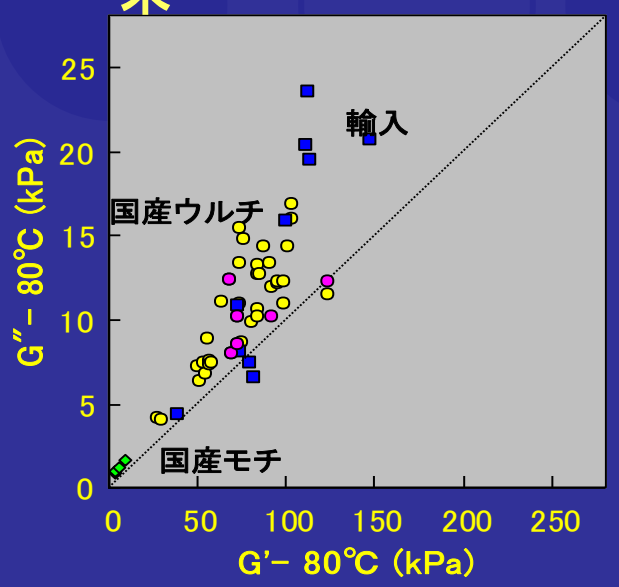
モチ種子デンプン

各種穀粉・米のGDVM結果

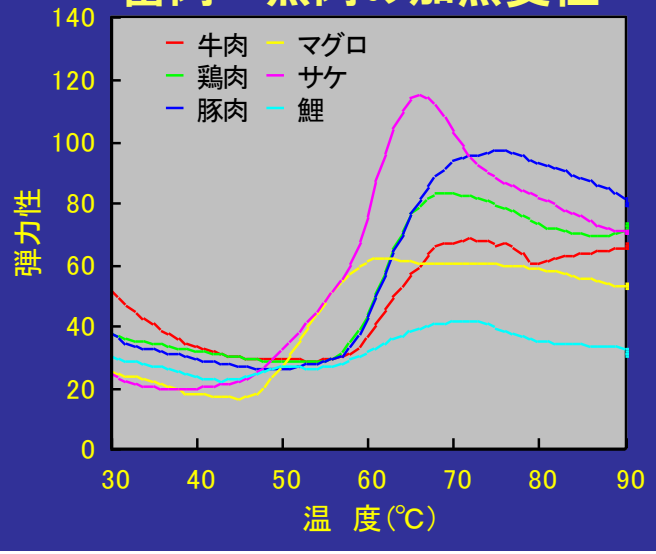
穀粉



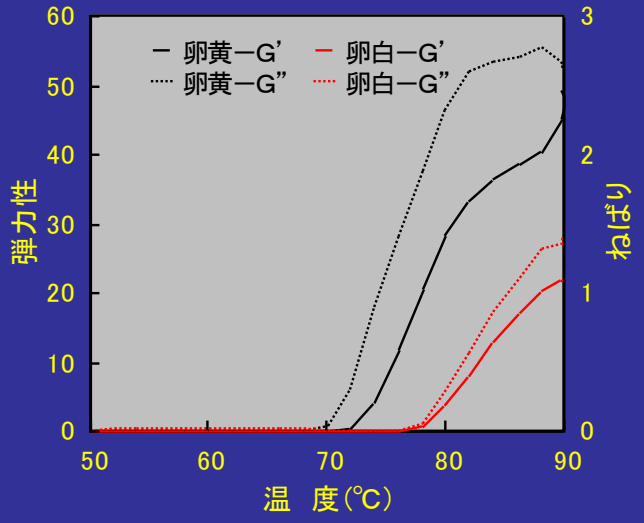
米



畜肉・魚肉の加熱変性

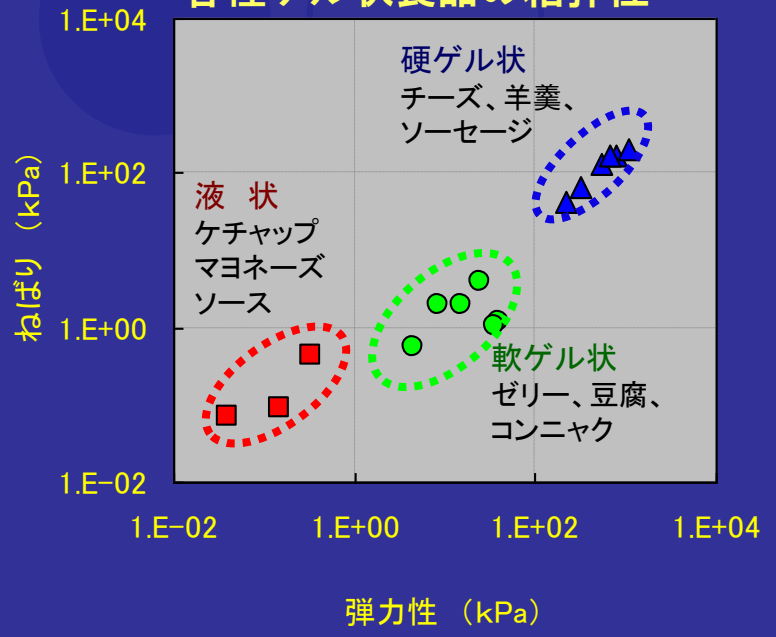


卵部位の加熱変性

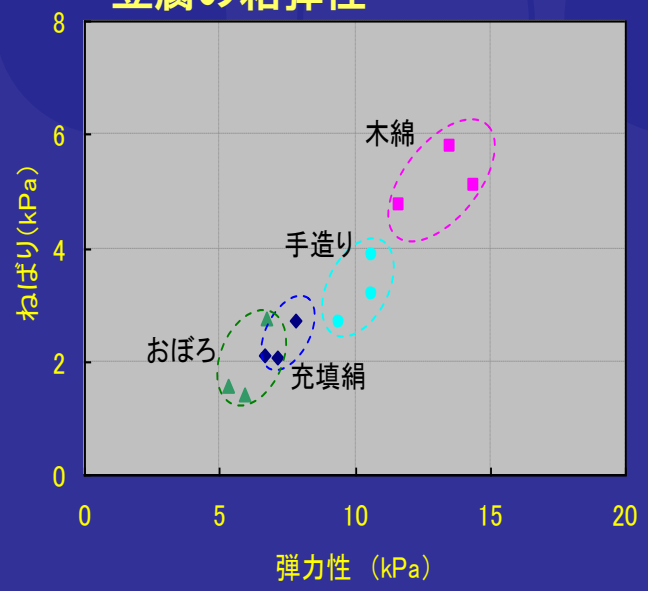


各種食品の動的粘弾性

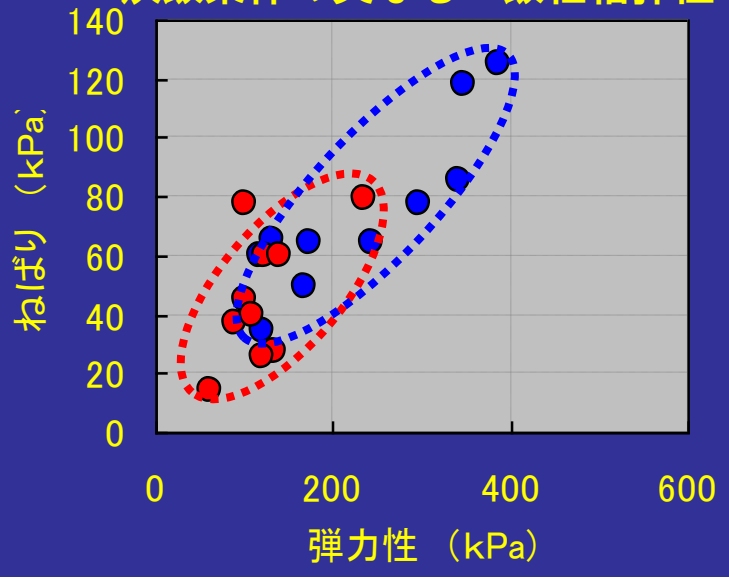
各種ゲル状食品の粘弾性



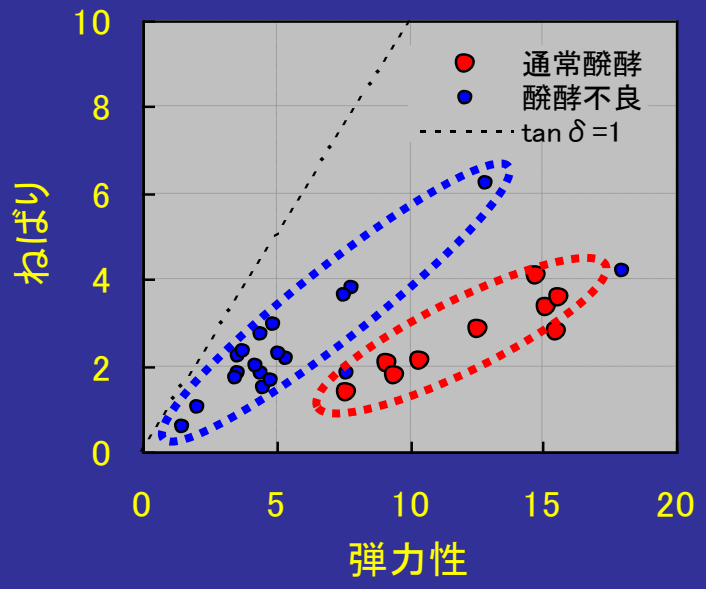
豆腐の粘弾性



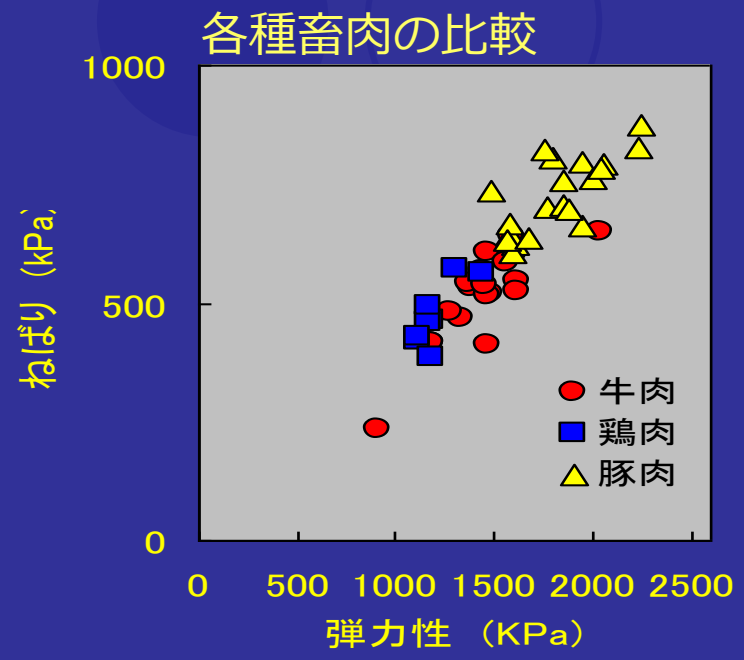
炊飯条件の異なるご飯粒粘弾性

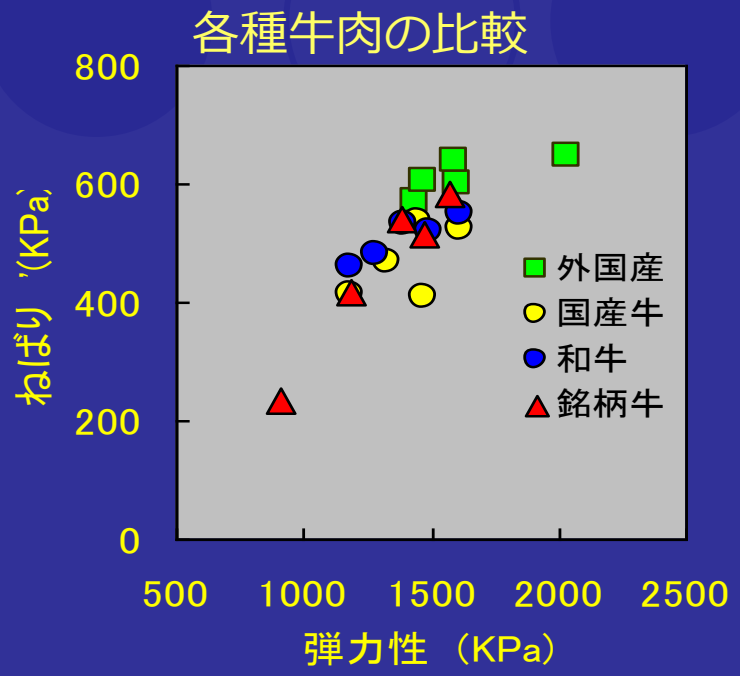


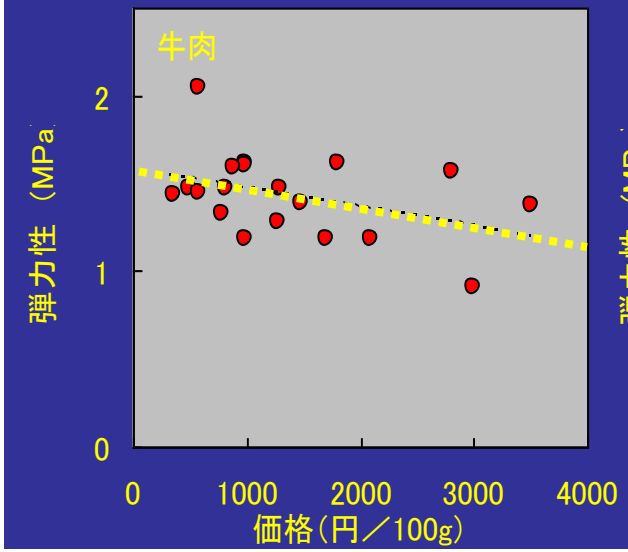
発酵条件の異なる納豆粘質物

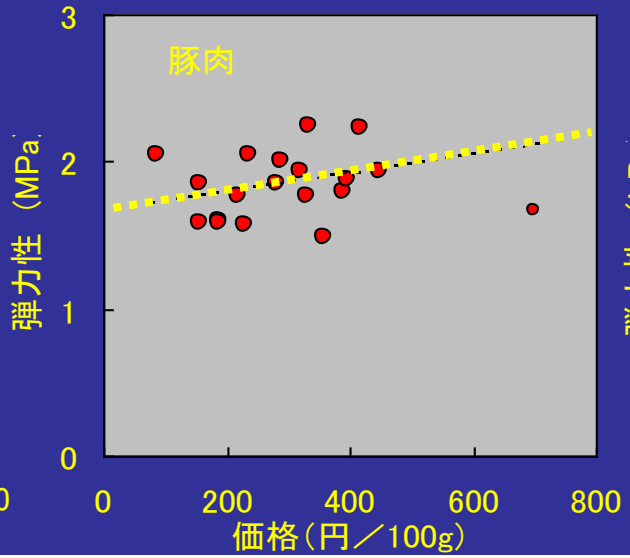


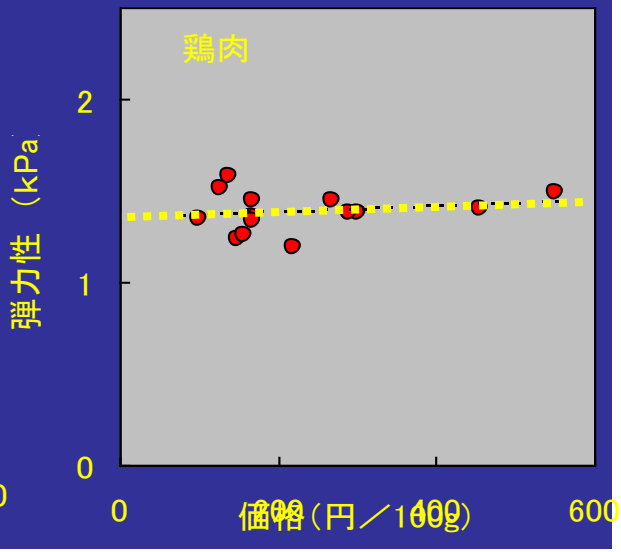
食肉の粘弾性


各種畜肉の比較
ねばり（kPa）
弾力性（KPa）
牛肉
鶏肉
豚肉
0
500
1000
1500
2000
2500

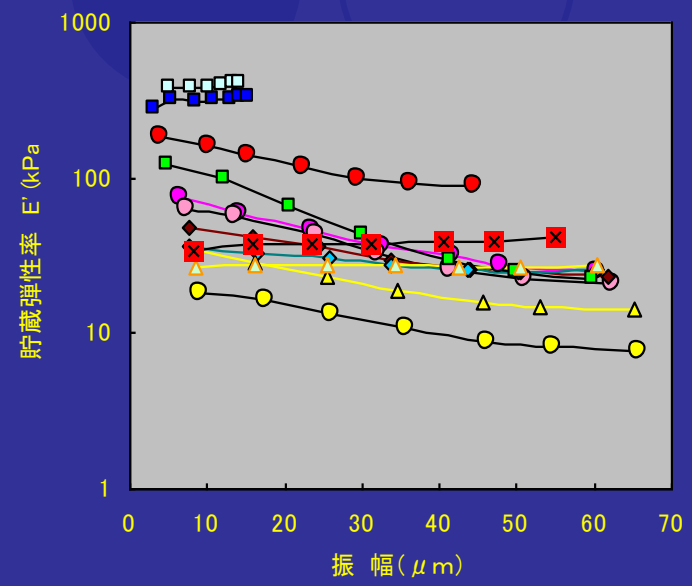

各種牛肉の比較
ねばり（KPa）
弾力性（KPa）
外国産
国産牛
和牛
銘柄牛
0
200
400
600
800
500
1000
1500
2000
2500

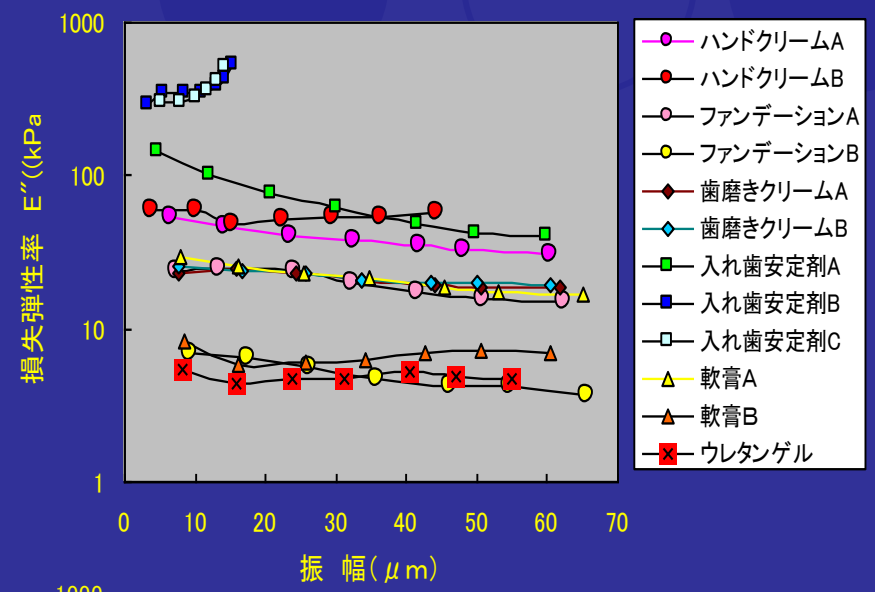

牛肉
弾力性（MPa）
価格（円／100g）
0
1
2
1000
2000
3000
4000

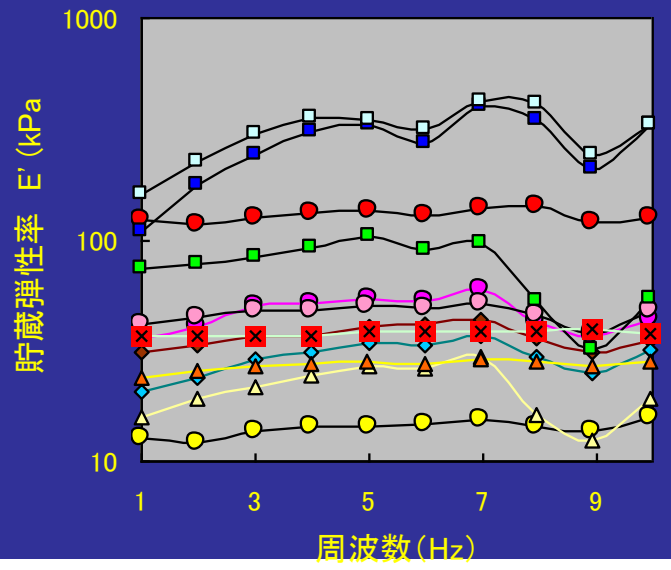

豚肉
弾力性（MPa）
価格（円／100g）
0
1
2
3
200
400
600
800

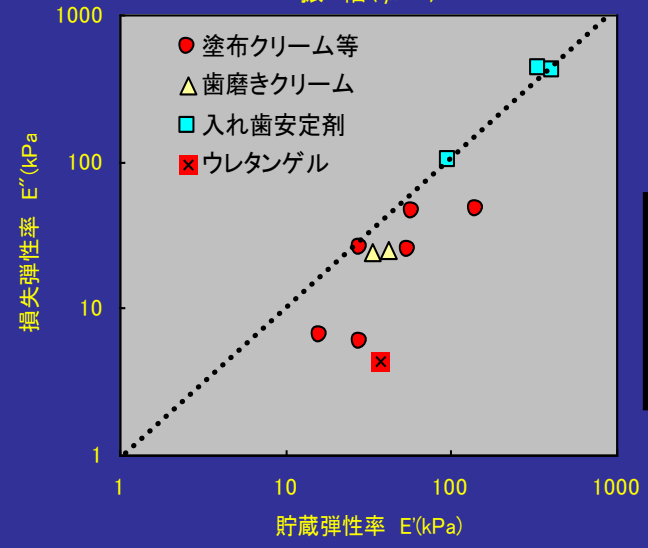

鶏肉
弾力性（kPa）
価格（円／100g）
0
1
2
600

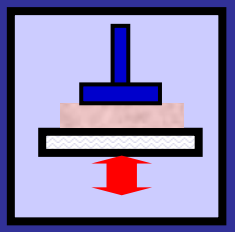
化成品・日用品の粘弾性





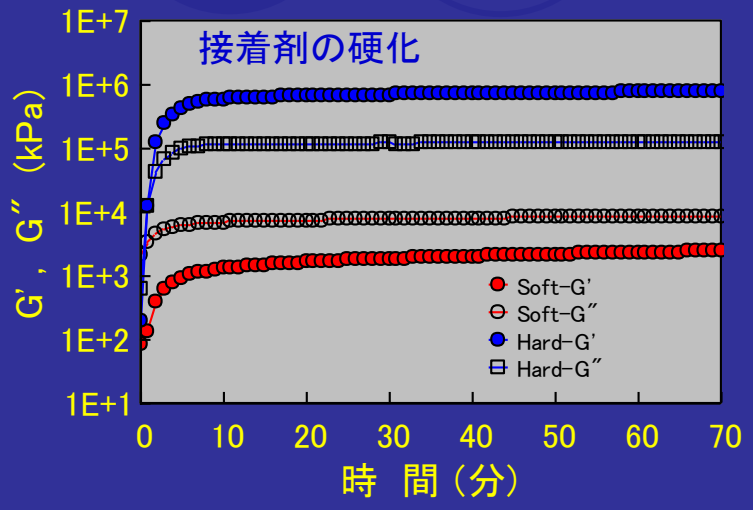


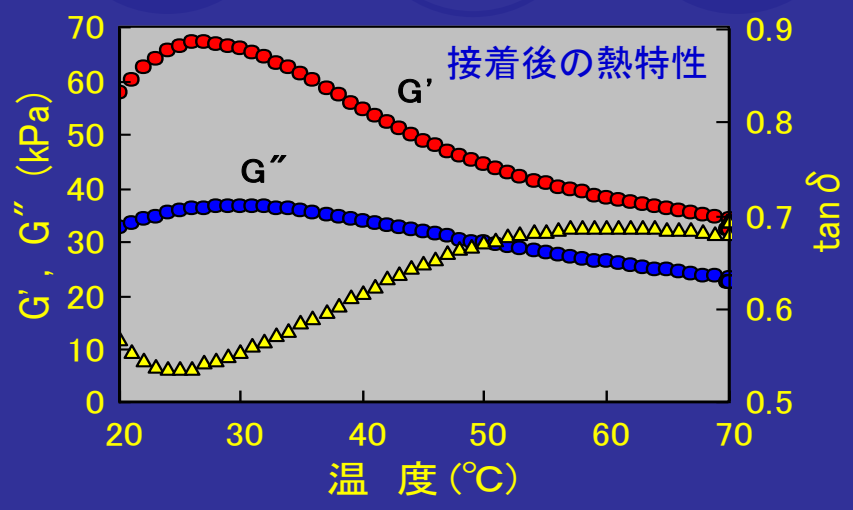


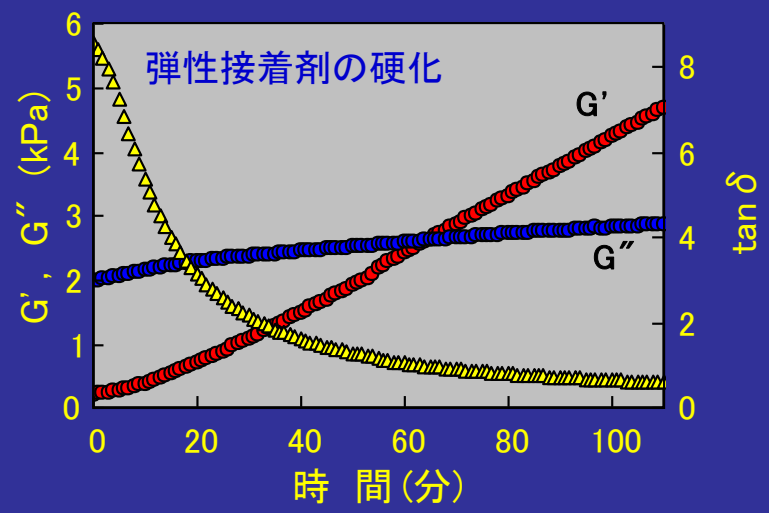


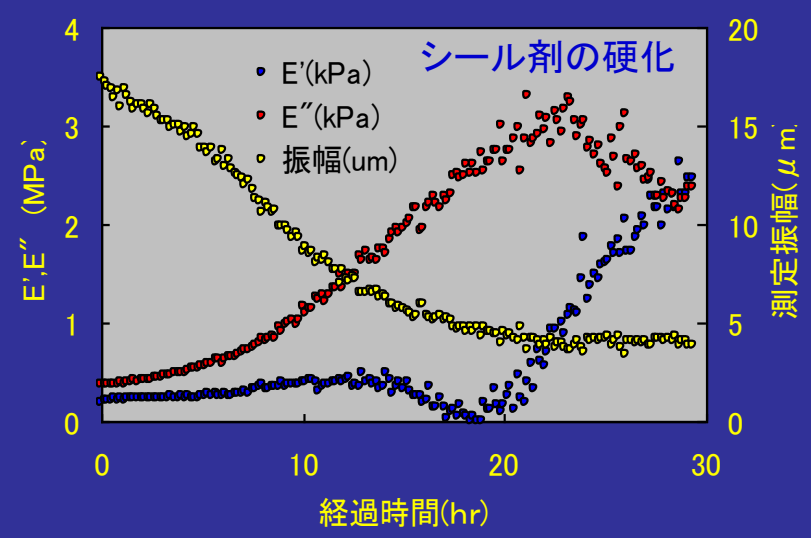
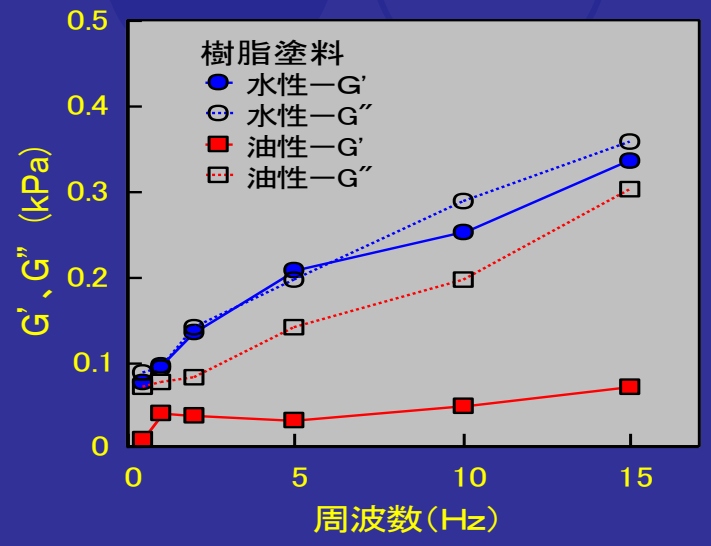
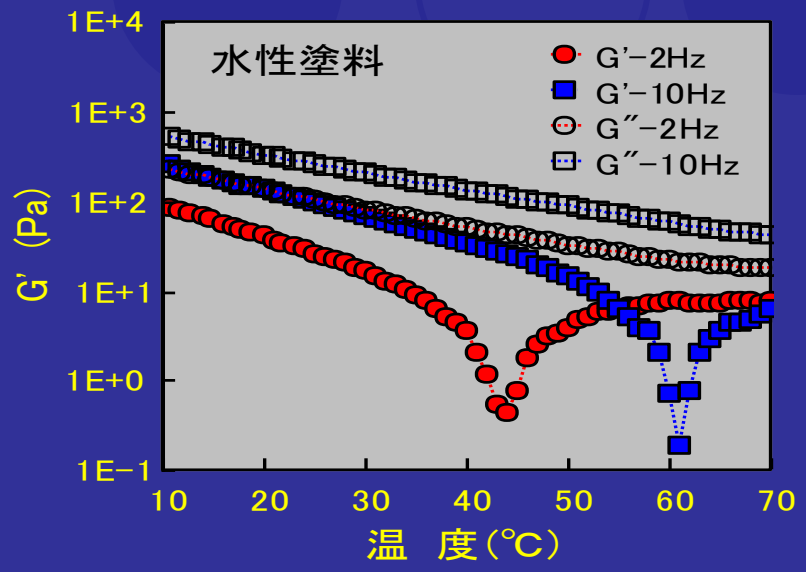
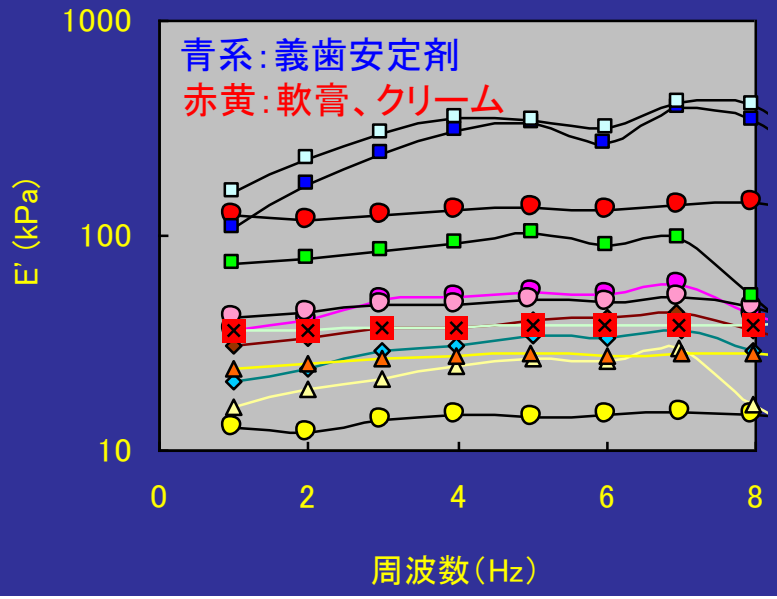
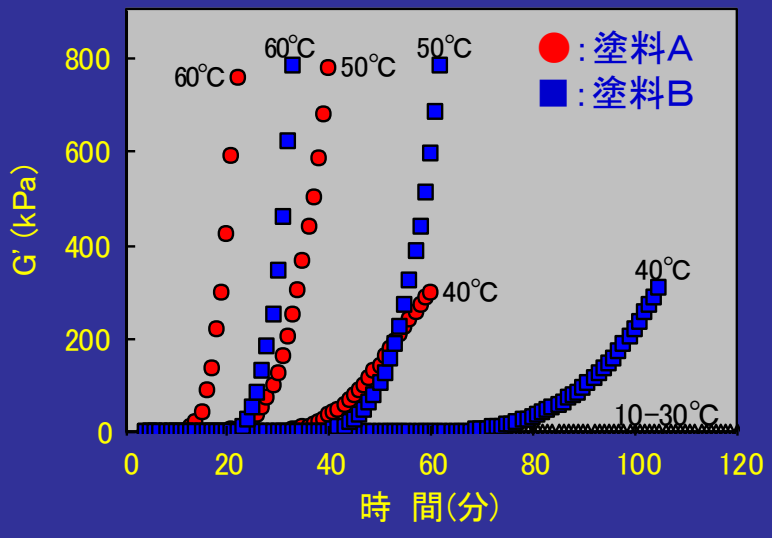
圧縮モード

接着剤の粘弾性測定例


接着剤の硬化
G', G″ (kPa)
1E+7
1E+6
1E+5
1E+4
1E+3
1E+2
1E+1
Soft-G'
Soft-G″
Hard-G'
Hard-G″
0
10
20
30
40
50
60
70
時 間 (分)


接着後の熱特性
G', G″ (kPa)
tan δ
G'
G″
70
60
50
40
30
20
10
0
0.9
0.8
0.7
0.6
0.5
20
30
40
50
60
70
温 度 (℃)


弾性接着剤の硬化
G', G″ (kPa)
tan δ
G'
G″
6
5
4
3
2
1
0
8
6
4
2
0
0
20
40
60
80
100
時 間 (分)


シール剤の硬化
E'(kPa)
E″(kPa)
振幅(um)
E',E″ (MPa)
測定振幅(μm)
4
3
2
1
0
20
15
10
5
0
0
10
20
30
経過時間(hr)

工業製品の粘弾性測定例