

液状食品の粘性に関する研究

第1報 水平型粘度計の試作と測定例

副島正美・副島敏子*

Studies on the Viscosity of Various Liquid Foods

I. Trial manufacture and use of a horizontal viscometer

MASAMI SOEJIMA, TOSHIKO SOEJIMA*

種々の液状食品についてその流動性には非常な差異がある。この流動性はこれらの食品の加工、運搬、調理などの工程に重要な影響をおよぼし、またその風味の一部を形成している。液体の流動特性は一般にその粘性（内部摩擦）によって支配されており、しかも粘性が液体の内部構造や物理的状態によって容易に変動するので、流動特性自体も変動し易い。近年漸く発展しつつある食品の流動学 (rheology of foods)¹⁾ のカテゴリーに液状食品の粘性の問題も属している。

液状食品には茶、醤油、酒類、食用油類、蜂蜜、水飴など低分子化合物を主要な固形成分とするものと、ミルク、果汁、澱粉液、ゼラチン液、ペクチン液、CMC液、寒天液、マヨネーズなどのごとく高分子化合物を主成分とするか、またはコロイド状態に溶質が分散しているものがある。後者のみならず大部分の液状食品は非ニュートン性流体 (non-Newtonian fluid) とみなされ^{2)~3)}、その粘性の研究にはとくに構造粘性を考慮して検討を行なうことが必要であろう。

著者らは上記の観点から、まず比較的低粘性 (10^{-8}P ~ 10^{-1}P) の液状食品の構造粘性を簡便な装置、操作で、かつ可及的高精度で測定することを目的として、新しい細管粘度計の試作を行なった。

従来食品の粘度測定に使用されている主な粘度計を大別すると、細管粘度計、回転粘度計、落体粘度計および振動粘度計に分類される³⁾が、この中で回転粘度計以下は比較的粘性の高い試料に使用される。一方旧くから使用されている Ostwald 型およびその改良型をはじめとする細管粘度計^{2), 4)}はすべて垂直または斜めに目盛りを

2 箇所付して毛細管を通して一定量の流下時間を測定し、別に求めた液の比重との積から粘度を算出する方式を採用している。このために側面にガラスなど透明な素材の壁面を有し、数十種以上の深さを有する恒温槽が必要である。これらの細管粘度計では落差の正確な測定を行うことおよび任意の落差の設定が困難であり、少数の例^{4), 5)}を除いては非ニュートン粘性の測定には適当ではない。最近我国でも非ニュートン粘性の測定用に傾斜型の細管粘度計が市販されるようになった^{6), 7)}が、その精度が非常に優れている反面、装置および操作は上述の困難さが一部残されているためもある。必ずしも低廉簡便であるとは云い難い憾みがある。

著者らはこれらの問題を解決し、簡便に相対的な粘度測定を実施することを目的として、以下に述べる水平型細管粘度計を設計・試作した。また実際に2, 3の液体で検討した結果についても報告する。

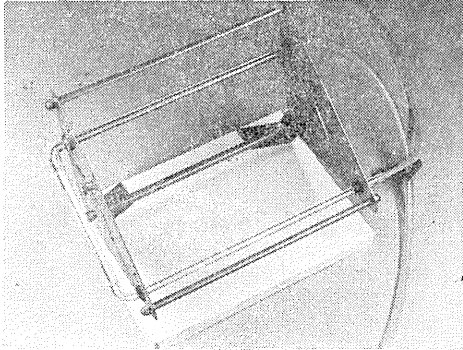
1. 装置の設計ならびに粘度測定操作法

著者らは第1図および第2図のごとき粘度計を設計したが、著者らが意図した経緯および実際の操作法などについて以下に述べる。

1.1 出来るだけ多くの型の恒温槽中で粘度の測定がなされ得るために、従来の側面から粘度計内の流動を観測していた方式を改めて、上面から直接に観測できるように改変した。そのために図のごとく、超硬質ガラス管3本をコノ字型に連結し、これを水平に設置して上の円筒内で流動を観測することとした。コノ字の上下の線は何れも内径3.3mmの円筒管で図の左側の末端部は滑らかに湾曲させつつ直角に折りまげてある。一方コノ字の縦の線は内径0.39mmの肉厚毛細管(10cm長)で、

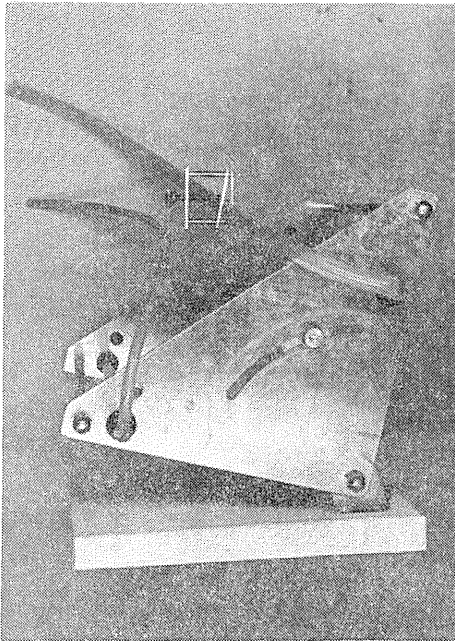
* 聖徳学園短期大学家政科
Junoir College of Seitokugakuen.

第1図A 水平型粘度計俯瞰図*



*落差 5.1 cm

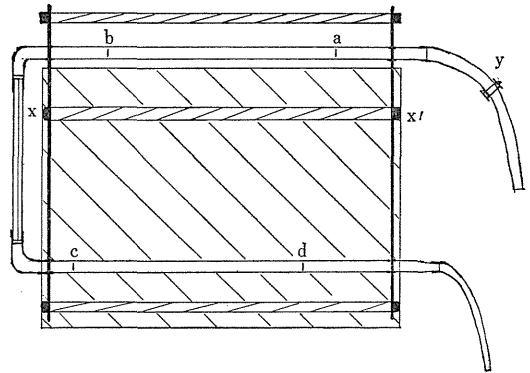
第1図B 水平型粘度計側面図*



* 測定後試料を捨てた後の状態 落差は 5.1 cm

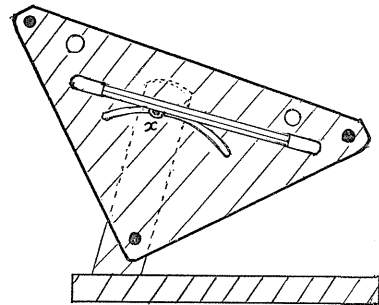
円筒管および毛细管の外径は何れも 7.0 mm とした。円筒管と毛细管の2個所の接点には、ドーナツ型のシリコン樹脂製のパッキングをおき、外部からビニール管でおおって固定した。コの字の上部の円筒管の別の切り口は上部に僅かに傾斜させてあり、長さ約 25 cm, 内径 5 mm のビニール管に接続させ試料の液を吸い上げる吸引管とした。一方下部の円筒管の別の切り口はやや引き伸して内径 3 mm のシリコン樹脂管に接続させ、試料の液の導入管とした。粘度測定の際にはコの字の上部の水平に設置された円筒管内を液面が移動し、適当な間隔 (12.5 cm) で付した目盛り (a, b) 間の通過所要時間を

第2図A 水平型粘度計設計図* (平面図)



* 斜線は金属部

第2図B 水平型粘度計設計図* (側面図)



* 斜線は金属部

装置の真上から、ストップウォッチを用いて測定した。

1.2 落差をある範囲内 (0~9.1 cm) で任意に変えることができ、かつ落差の測定が容易であり、さらに測定中落差の変動がほとんど生じないように設置した。以上の3つの目的を満足させるために、上記のコの字型のガラス製粘度計を写真および図に示されているステンレス製の可動装置に挿入固定し、粘度計の毛细管部の傾斜を適当に (0~45°) 規定して、ねぢ (x, x') によってその位置を保持させた。別に可動装置の下面に垂準器を置き、粘度計の上下円筒管が完全に水平になるように設置した。上部円筒管と下部円筒管の垂直面での距離を物差しで計測すれば落差が求められ、この状態では流動中落差の変動は全くない。

1.3 測定に必要な試料の量を出来るだけ少くした。比較的細い (内径 3 mm) 円筒管を使用したため試料は約 1.8 ml で充分であった。

その必要量を予め恒温槽外で次のように採取した。すなわち、第2図において上部円筒管の a のやや右側から

左方へ満たされた液の下端の液面が下部円筒管の直線部分の左端(c)の附近になるように液量を予め調節しておき、次に導入管の末端から下部円筒管の右端寄りの点(d)まで上の液を移動して満たし、dに目盛りを付しておく。任意の試料を採取する際は、まずdの点に液面がくるように導入管を経て液を吸い上げ、直ちに導入管を試料溜めから引き上げて可動装置の上部に第1図のように止めておく。次に液をaの右側約1~2cmの位置まで徐々に吸い上げた後、ピンチコック(y)を閉じて吸引管を閉鎖し、液をその位置に保持したまま恒温槽内に装置全体を移す。約10~15分間放置して、液が所定の温度に達した後、ピンチコックを開いて液を自重で流しa~b間の通過所要時間(t, sec)をストップウォッチなどで測定する。再び液を吸い上げて数回測定を反覆して一定($\pm 0.05 \text{ sec}/t=10 \text{ sec}$)となった値を測定値とした。tが約20~30secになるように落差を調節すれば最も測定し易い。

1.4 測定誤差を少くとも従来のもの以下にするように配慮した。細管粘度計の測定誤差としては液量、温度、流出所要時間測定、表面張力、付着液量の影響が一般に考えられている⁸⁾が、温度および時間測定については従来のものの場合とほとんど変わらない。採取する試料の液量による誤差についても試料導入管の入口にビューレットの先の要領で引き伸ばした小ガラス管を付しておけば問題はない。一方表面張力による誤差については本装置の場合は流速が過大にならなければ、上部円筒管内の液面と下部円筒管内の液面とが、ほとんど同一の形の界面で互に逆方向に移動することになるので力は互に打ち消し合い、粘度測定への影響はほとんどないとみなされた。

ただ液の付着面積が大きいため、付着液量による誤差は従来の垂直型よりも大きくなると考えられるが、この点は水平ビューレットによる滴定法での問題点と同一で、ガラス壁面に著しく固着するものでは十分に検討する必要がある。しかし液状食品の大部分である比較的稀薄な水溶液などではガラス壁面の洗浄、円筒管の水平線の確保などにより、あまり重大な問題とはならないようである。

1.5 Hagen-Poiseuilleの法則の適合性を検討した。一般に細管粘度計において、液がその自重によって流下し、一定容積Q(ml)が流過するに要する時間をt(sec)とすると液の粘度 $\eta(p)$ は次式で与えられる⁸⁾。

$$\eta = \frac{\pi g h R^4}{8 L Q} \rho t - \frac{m Q}{8 \pi L} \frac{\rho}{t} \quad (1)$$

ここでRは毛细管の半径(cm)、Lはその長さ(cm)、hは落差(cm)、 ρ は液の密度(g/ml)、gは重力の定数(dyne)、mは毛细管両端付近の形に関する定数である。この第2項は運動エネルギーの補正項である⁹⁾が、mの値は従来0.5~1.2くらいの範囲であるといわれ¹⁰⁾、液の流速が小さいときは第1項にくらべてかなり小さくなることが知られている。

実際に著者らが試作した粘度計(第1図、第2図)で20°Cの水について計算すると次の如くであった。すなわち、Qは0.82ml、Lは10cm、Rは0.039cmであり、gを981dyne、また ρ を1.0、 μ を1cpとすると、hが5cmの場合、tは18.0secと算出された。ただしmを1と仮定すると第2項は $10^{-4}p$ の桁となり無視出来た。一方実際に測定した結果tは15.5secで、計測値、装置、操作がなお不完全である点を考慮すると、むしろ理論値とほぼ一致しているとみなされ、相対的な粘度測定を行うためには充分であろうと結論された。

1.6 攪乱流動の可能性は除去された。すなわち、(1)式は流動が層流の場合にのみ成立するものであるから、平均流速が過大となり攪乱流動を起こして、測定が不能になる可能性があるか否かを次式によってレイノルズ数[R]を計算して検討した。

$$[R] = \frac{2\rho Q}{\pi\eta R t} \quad (2)$$

(2)式に上述の数値を代入すると、[R]は8.53となり、許容値約2,400⁹⁾¹⁰⁾よりは遙かに小さく充分に粘度計として使用できることを確かめた。

1.7 洗浄法その他について検討した。ガラス部分をふくめて装置の機械的強度、化学的安定性についても考慮し、とくに測定後の洗浄は通常細管粘度計と同様に行えば充分であることを確かめた。測定直前に試料によってガラス管内面を洗浄しておくことも必要な操作である。

さらに本装置によって実際に粘度測定実験を行い、その結果を検討した。

2. 2,3の試料による粘度測定結果

2.1 種々の温度における水の粘度

本装置により落差5.1cmで20°C~50°Cの蒸留水の流出所要時間は第1表のごとく測定された。この結果は装置および操作がなお完全でないことを考慮すれば測定値と文献値¹¹⁾とがほぼ一致しているとみなして差支えなからう。

2.2 各種溶剤の粘度

蒸留水ならびに市販の特級エタノール、イソプロパノール、イソブタノールおよびアセトンについて、20°C、落差 3.1 cm で測定した結果は第2表のごとくであった。

第2表の結果はイソブタノールでは若干文献値¹¹⁾より低かったが、その他は装置および操作がなお完全でない点を考慮すれば、両者がほぼ一致しているとみなされた。

第1表 種々の温度における水の粘度*

温度 (°C)	流出時間 (t, sec)	密度* (ρ, g/cm ³)	ρt	μ** (cp)	μ*** (cp)
20	15.50	0.9982	15.47	1.005	1.005
30	12.30	0.9957	12.25	0.792	0.801
40	10.50	0.9922	10.41	0.673	0.656
50	9.00	0.9980	8.89	0.574	0.550

* 落差 5.1 cm
 ** 文献値 (μ)
 *** 20°C の μ を 1.005 として ρt の値から算出した

第2表 各種溶剤の粘度*

溶 剤	[A]	[B]**	[A]×[B]	粘度*** (cp)	粘度** (cp)
	流出時間(sec)	密度(g/cm ³)			
水	27.70	0.998	27.7	1.00	1.00
エタノール	38.15	0.799	30.5	1.10	1.19
イソプロパノール	81.00	0.795 (15°C)	64.0	2.31	2.39
イソブタノール	116.65	0.805 (16°C)	92.0	3.38	3.95
アセトン	10.80	0.792	8.6	0.323	0.322

* 20°C. 落差 3.1 cm
 ** 文献値 (μ)
 *** 水の粘度を 1 cp として算出した。

2.3 種々の落差における水の流出所要時間の変化

装置の落差を 3.1 cm ~ 9.1 cm に変化させた際の、30°C における水の流出所要時間の変化を測定した結果が第3表である。

第3表 種々の落差における水の流出所要時間*

[A]	[B]	[A]×[B]
落差(cm)	流出時間(sec)	
9.1	6.8	61.9
7.1	8.7	61.7
5.1	12.3	62.7
4.1	15.1	61.9
3.1	20.3	62.9

* 30°C

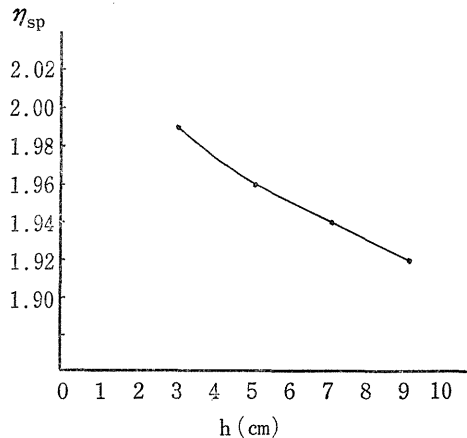
この結果は Hagen-Poiseuille の法則に従い、落差と流出時間とは実際に逆比例関係にあるとみなされた。

2.4 ゼラチンの構造粘性

30°C で 2% ゼラチン (市販写真用) 水溶液 (pH 5.0, 0.2 M くえん酸緩衝液) の構造粘性を、装置の落差を 3.1 cm ~ 9.1 cm に変化させて流出時間の変化から検討した。ただし比粘度 (η_{sp}) は次式により算出した。

$$\eta_{sp} = t_{gelatin} / t_{water} - 1 \quad (3)$$

第3図 ゼラチンの構造粘性*



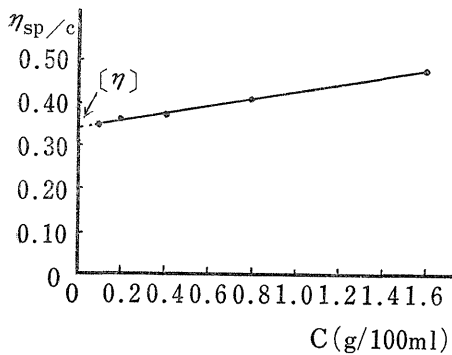
* 2% ゼラチン溶液 (pH 5.0, 0.2 M くえん酸緩衝液) 30°C

この結果より本装置により高分子溶液ないし非ニュートン流体の構造粘性⁵⁾を詳細に検討できることが明らかとなった。

2.5 ゼラチンの固有粘度

30°C, 落差 5.1 cm で 0.01 ~ 1.6% のゼラチン溶液 (pH 5.0, 0.2 M くえん酸緩衝液) の還元粘度 (η_{red} = η_{sp}/c) の変化を測定し、次式に従い第4図の外挿値よ

第4図 ゼラチンの固有粘度*



* 30°C, 落差 5.1 cm

り固有粘度($[\eta]$)^{12),13)}を求めた。

$$[\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \eta_{red} \quad (4)$$

ただし c は $\text{g}/100 \text{ ml}$ で表わしたゼラチンの濃度である。

この図に見られるごとく、 η_{red} はゼラチンの濃度に比例して直線的に変化し容易に外推により $[\eta] = 0.34$ を得た。

以上実験(4)、(5)の結果を総合すると、さらに精密な実験を実施すれば、この粘度計を用いて高分子物質の構造粘性を補正した真の固有粘度ないし軸比を求められることが明らかである。

3. 考 察

従来報告された細管粘度計は垂直型ないし傾斜型であり、恒温槽の側面より測定を行わなければならなかった。また特殊のものでは落差を変化できるが、一般に落差は固定されており、粘度測定中に落差(圧力)が変動するために構造粘性などの検討を行う場合やや困難さがある。これに対して著者らの試作している水平型粘度計はほとんどの恒温槽中で使用可能で、かつ構造粘性を含めた粘度の相対的な測定が相当な精度で行えることが上述の検討結果からも明らかである。また装置の製作価格も従来のものに比べて著しく低廉であり(1/5以下)、かつ操作も必ずしも熟練を要さぬという利点もある。さらに毛細管は出来るだけ各部の内径が均一のものを選択する必要があるが、本装置の場合毛細管部の取換えが出来

るので、試料によって適当な内径のものに交換すれば簡便かつ正確な測定が可能である。ただしコの字の上下の円筒管の内径、形状についてはさらに検討を要すると思われる。また比較的高粘性でガラス面に付着性の強い試料に対しては、構造的に考察しても不適當であると思われる。装置の改良をふくめて現在実際の液状食品などについて検討を進めている。

またこの粘度計は固定した粘度を測定する際に使用されるばかりでなく、粘度計内の試料の粘度変化を経時的に追うことも可能で、例えば加温放置による試料の粘度変化や加水分解酵素による基質の粘度低下などに他の型の粘度計の場合^{9),12),14),15)}と同様に利用出来る。その実験結果については別の機会に報告したい。

最後に本装置の試作に際して積極的に御協力をいただいた鈴木商会 長谷川登氏、実験を御援助下さった茨城大学農学部 鈴木幹夫氏、千田浩氏、高村義親氏をはじめ農産製造学研究室の諸氏に心から感謝致します。

(本装置は実用新案登録申請中である)

文 献

- 1) 二国二郎編：基礎食品化学ハンドブック，p. 407 (1966) 朝倉書店
- 2) 永沢信：食品コロイド学，p. 89 (1967) 共立出版
- 3) 下田吉人編：調理科学講座，I，p. 90 (1961)，同上 5，p. 168 (1962) 朝倉書店
- 4) 高分子学会編：高分子の物性，I，p. 35 (1959) 共立出版
- 5) 高分子学会編：同上，III，p. 177 (1959) 共立出版
- 6) Wada E.: J. Poly. Sci., 14, 305 (1954)
- 7) Fujishige S., M. Shibayama and J. Kuwana: J. poly. Sci., (B), 1 (1963)
- 8) 黒岩章晃，和田英一：実験化学講座，8，423 (1956) 丸善
- 9) Dorsey, N.W.: Phys. Rev., 28, 833 (1926)
- 10) Barr, G.: A Monograph of Viscosity, p. 20, p. 35 (1931) Oxford
- 11) 日本化学会編：化学便覧，470 (1958) 丸善
- 12) 副島正美：農化，35，1368, 1373 (1961)
- 13) 小寺明編：物理化学実験法，p. 160 (1965) 朝倉書店
- 14) 副島正美：農化，35，1272 (1961)
- 15) 戸井文一，大上清治：油化学，6，90 (1957)

Summary

For the simple and easy determination of viscosity of various liquid foods, which were non-Newtonian fluids, a horizontal type viscometer was conceived.

The apparatus was designated for one to measure the velocity of the current of liquids from upside of the thermostat, so the viscometer was easily handled in various types of thermostat and the head (h) of current of liquids was optionally seted as one chose.

Using this viscometer, it was demonstrated that water flowed according to the law of Hagen-Poiseuille, and that the Reynolds number determined was 8.3. The value of viscosity of several organic solvents determined by this viscometer was nearly the same as those cited in other literatures.

Structural viscosity and intrinsic viscosity of a gelatin solution was measured by this viscometer.