

第23回センシングフォーラム 投稿原稿

テーマ：振動式粘度計で測定される物理量について

副題『粘度の JCSS 規格化について』

(英題：Quantity of Physics measured in a  
vibration-type viscometer)

発表者：(株)エーアンドディ 設計開発本部

出雲直人

主催：**SICE** (社)計測自動制御学会計測部門

協賛：応用物理学会、化学工業会、システム

制御情報学会、次世代センサ協議会、

情報処理学会、精密工学会、他

期日：2006年10月2日(月)、3(火)

会場：つくば国際会議場

振動式粘度計で測定される物理量について

副題『粘度の J C S S 規格化について』

○出雲 直人 (株)エーアンドデイ 設計開発本部

Quantity of physics measured in a vibration-type  
viscometer

○Naoto Izumo A&D CO.,LTD

Higashi-Ikebukuro, Toshima-ku, Tokyo 170-0013 Japan

Abstract

Introduction of viscometer which has new viscosimetry measuring method.

In addition, Suggestion of new unit system which is used in the vibration type viscometer. Explanation of viscosity JCSS standardization and recent requirement of viscosity measurement by using example of it.

Keywords : Vibration type Viscometer, Static Viscosity(Viscosity×Density),  
Viscosity JCSS, Cloud Point

1) はじめに

新しい粘度測定方法となる振動式粘度計について紹介します。また、振動式粘度計で測定される物理量について検討を加え、新しい単位系についての提案を行います。その他、粘度の JCSS 規格化、及び粘度測定の実例について説明し、最近の粘度測定に対する要求事項について紹介します。

2) 粘度測定の始まりと最近の粘度測定の展開

粘度測定の歴史は古く、米国での自動車産業勃興とともに、エンジンオイルの粘度測定が始まったとあります。このことは、エンジン性能を維持する為にエンジンオイルの粘度管理を行う必要があったことを意味しています。現在でもエンジンオイルは、低温／高温での粘度値で規格化され 5 W-30 など低温と高温時の粘度値で規定されています。エンジンではオイルの粘度が 2.6cp(水の 20℃での粘度は約 1 cp= 1 m Pa・s : 1 ミリパスカル・秒)以下になるとエンジンの焼き付きが起きると言われています。また、最近では燃費向上を目的とした、省エネルギータイプのエンジンオイル開発が焦点となっています。その他、先端技術分野での品質維持を目的とした粘度測定への要求が増えています。例えば、液晶用レジストインク、半導体の研磨剤、ガラスのコーティング剤、粉体の粒度分布、高分子エマルジョン、界面活性剤の曇点測定など、粘度に関わる新規市場が拡大しています。また、ごく最近の話題として、血液の粘度測定があげられます。血液の粘度が高いと、循環器系の疾患により突然死を招く可能性が高いとの報告があります。血液の粘度は測定条件にもよりますが、一般的に約 3 ~ 10 ミリパスカル・秒の間に分

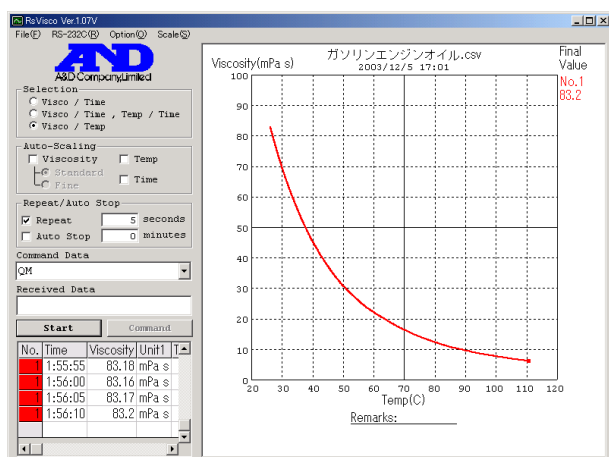


Fig.1 ガソリンエンジンオイルの粘度変化

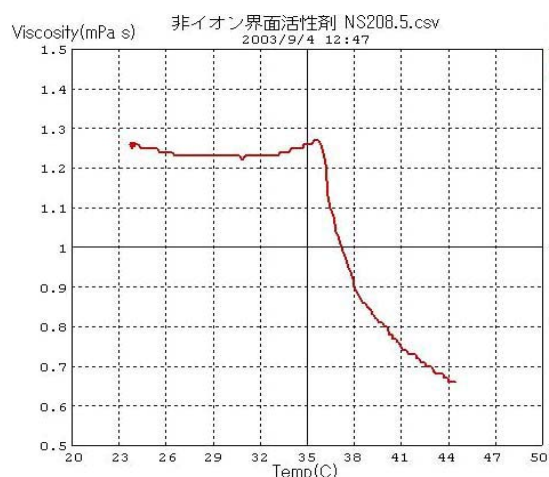


Fig.2 曇点の測定

布していると言われてています。参考としてエンジンオイルの粘度／温度、非イオン系界面活性剤の曇点測定事例を Fig 1、2 に載せます。

### 3) 粘度の定義と JCSS 規格化

粘度は、試料液体内に配置された対向する 2 枚の板間の相対運動により定義され、板の相対する面方向に発生する単位面積当たりの相互作用力(ずり応力)と、2 枚の板間距離で、その相対変位スピードを割った速度勾配値(ずり速度)が比例する時、その比例定数として定義されます。定義に沿って、ずり応力とずり速度が比例関係にあり、粘度値が定数として安定した値を示す流体をニュートン流体、ずり速度の変化によりずり応力との比例関係が崩れる流体や、経時変化により比例関係の成立しないもの、つまり測定条件により一定の粘度値を確定できない液体を、総称して非ニュートン流体と言います。粘度の定義は上記となり、簡単に説明されますが、実際の測定となると装置の構成はそれほど容易ではなく、構造上の問題が多く存在します。例えば、測定容器を限定し液体の落ち切る時間で計量するカップ方式、粘度をその液体中の落体速度(時間)にて測定する落体式、細管中を流れる液体の時間を測定する細管式などでは、測定温度を一定にするなど測定環境の安定化が重要となります。また、回転式では、一定の回転数で回転子を制御すること、回転に必要となるトルクを安定して測定する事が必要となります。一方液体中に配置された振動子の駆動力を粘度値換算する振動式では、振動子を安定させて固有振動させる技術が重要となります。上記測定原理に基づく粘度計の中で、細管式、回転式、振動式を採用した機器については、測定原理の理論的裏付けとなる測定方式のモデル化 (モデルイクエーション)、及び測定の持つ“不確かさ”が証明され、この結果から、粘度の標準液とともに、粘度の JCSS 規格対象機器として、2006 年 4 月に独立行政法人 製品評価技術基盤機構 : NITE のホームページに、粘度の JCSS 規格として公開されました。

#### 4) 各測定方法で得られる物理量について

以下 JCSS 規格化された粘度の測定原理について簡単に説明します。

- 細管式：一定の容器に満たされた液体を、重力により低い位置に流動させ、流動時間により粘性を測定する方法。測定されるのは液体の移動にかかる時間となり、国際標準となる水を流した時間を基本とし、粘度値に換算します。測定原理から、計測される物理量(時間)は粘度に比例し、密度に反比例する為“粘度／密度”となり“動粘度”と呼ばれています。
- 回転式：液体中に入れられた回転体に一定の回転運動をさせ、この時、回転するのに必要となるトルクが、粘度値に比例することを利用します。測定される物理量は“粘度”となります。
- 振動式：液体中に入れられた振動子を、変位量一定の条件にて加振します。この時、振動させるのに必要となる力を検出することで、液体の粘性を測定します。測定される物理量は“粘度×密度”となります。

#### 5) 振動式粘度計の長所と測定原理

振動式には回転振動式と音叉振動式の2種類がありますが、どちらも原理は同じです。以下では音叉振動式について具体的説明を行います。同じ固有振動数を有する対向する二つの振動子を配置し、個々の振動子を個別に同期させ、電磁力で駆動します。この時の二つの振動子は逆位相で動き、音叉同様外部への反力が発生せず。また、きわめて減衰の少ない固有振動数での駆動が可能となります。粘度測定時には連続して発生する振幅を計測制御することで、振幅一定の条件を出し、この時、振動子駆動に必要な電磁力を測定します。駆動力が振動子を浸けた液体の粘度×密度に比例することを利用し、粘度を測定します。振動式では、試料液体へ微小な変位しか与えない為、試料に加わるエネルギーが小さく、また、振動子の熱容量が小さい為、測定による試料物性への干渉を最小限にとどめる事ができます。また、試料液体を流動、攪拌させない為、測定開始後も試料には機械的な物性変化がほとんど無く、短時間での安定した測定が可能となります。また、液体粘度値の温度変化は $-2 \sim -10\% / ^\circ\text{C}$ と大きい為、測定系の干渉が小さいことは、試料の温度変化による物性変化を起こし難いなどの利点も生みます。また、音叉振動を利用することから、測定感度が高く、水の約 $1/3$ となる $0.3\text{mPa}\cdot\text{s}$ 程度の低粘度から、 $1\text{万mPa}\cdot\text{s}$ までの範囲を、安定した状態で連続測定ができます。したがって接着剤、ゼラチン、卵白などの硬化過程が測定でき、例えば、卵白では異なる成分のタンパク質の硬化過程が、別々の温度で測定されます。振動式粘度計で測定される物理量は理論式より原理的に“粘度×密度”となります。

音叉振動式粘度計の測定モデルについて説明します。Fig.3に示す自由振動系のモデルでは、測定系の質量による慣性項、液体の粘度による粘性項と測定系のバネ定数によるバネ項が考えられます。この測定系のバネ定数と質量により決定される固有振動数にて、

測定系を電磁力にて強制駆動すると、慣性力とバネの復元力が  
つりあい、測定系で消費されるエネルギーは、液体の粘性項のみ  
となります。上記内容を運動方程式で表すと式(1)のようになり、  
F:加振力、m:質量、C:粘性係数、K:バネ定数、x:振幅、  
 $\omega_n$ :振動系の固有振動数 となります。

$$F = m \frac{d^2 x}{dt^2} + c \frac{dx}{dt} + Kx \quad (1)$$

(1)式を積分すると

$$x = \frac{F}{c \omega_n} \quad (2)$$

となり、振幅(変位量): x、及び固有振動数:  $\omega_n$ を一定値とすると、加振力:Fと粘性係数:C  
には比例関係のあることが理解されます。音叉振動式粘度計では、上記原理を利用し、電磁  
力により2枚の振動子を固有振動数で共振させ、高感度での粘度測定を可能としました。

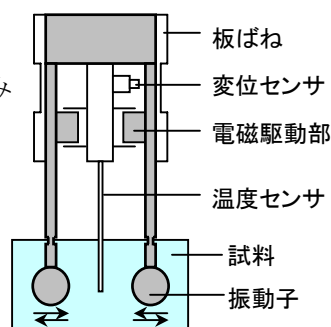


Fig. 3. 粘度検出部の機構

#### 6) 粘度の単位系についての考察

細管式及び回転式粘度計については、測定原理が比較的単純な為、計測された長い歴史があり、それに見合った単位系として“動粘度”及び“粘度”は古くから確立されていました。一方、振動式粘度計は、日本でも1958年には出版物に測定原理が紹介され、新しい粘度測定方法として期待されるなど、理論的確立は約半世紀前になされていました。しかし、ある固有振動数で振動子を駆動する製品化技術が難しく、市場投入が出来ない壁に阻まれていま

した。製造化技術が確立され、既に市場に製品投入された現在に至っても“粘度×密度”の単位系確立はなされていません。そこで、細管式“動粘度”、回転式“粘度”に準じた物理量として振動式の“静粘度”を提案します。静粘度を提案する理由は以下の事情によります。

- 細管式により得られる“動粘度”(粘度/密度)は一定容量の容器に入れられた液体が、一定の口径を有した液体の流路を通過する時間で求められます。従って得られる物理量は粘度値に比例し、流体への圧力を発生させる密度には反比例します。また、測定される液体は実際に配管内を流動して動く為、液体の移動があり、液体の重心移動を伴う測定方法となります。動粘度の表現は、液体の状態を表し、全動的を得た表記方法と言えます。



Fig. 4 振動式粘度計

○回転式粘度計では、液体は実際には回転運動を行っていますが、液体の重心移動は無く、特に“平板形回転粘度計では、測定原理として“ずり速度一定“の動きとなり、粘度値のみが回転トルクとして得られます。

○振動式粘度計では、上記2方式と異なり、振動子が液体中で往復運動を行い、振動子周辺の液体が“ずり速度”を得て、それに伴う“ずり応力”が振動子に負荷されます。この方法では、液体の重力移動も、また、広範なエリアでの液体の回転運動も発生しない方式となり、静止状態での粘度測定が可能となります。また、振動式では測定系の持つエネルギーが最小となります。このことは、測定系による液体へのエネルギー供給が最小となることを意味し、液体のマクロな動きが発生しない唯一の方式と言えます。そこで、物理量“粘度×密度”を“静粘度”と呼ぶのが妥当と判断します。動粘度、粘度、静粘度の呼称を使う事で、各粘度測定方法により測定される液体に与えられる動きが表現され、また液体の受ける状態を的確に表すことが可能になります。

#### 7) 静粘度 測定により得られる計測実例と将来の展望

測定実例として以下のデータを添付します。曇点など、今までの粘度測定では不可能と思われた事象が測定可能となった例もあります。(fig 1、2、5、6、参照)

- エンジンオイル：温度変化を加えた時の“静粘度”から、オイルの温度特性を測定
  - 曇天測定：非イオン系界面活性剤の“静粘度”変化による曇点の測定
  - 液体から個体への変化：蛋白質(卵白)の硬化過程を“静粘度”の変化として確認
  - 液体構成材料の分析：アルコール濃度変化を“静粘度”にて測定し構成要素を推定
- また、今後の“静粘度”測定では以下分野への展開が可能になるのではと推測されます。
- 粒度分布測定に必要となる母材の粘度評価 (ブラウン運動評価)
  - 粘度測定による混濁溶液の分子量推定
  - 塗料、インクなど機能性液体の硬化過程、温度特性の測定
  - 清涼飲料水の“ど越し”、血液の粘度など、生体物性の定量化

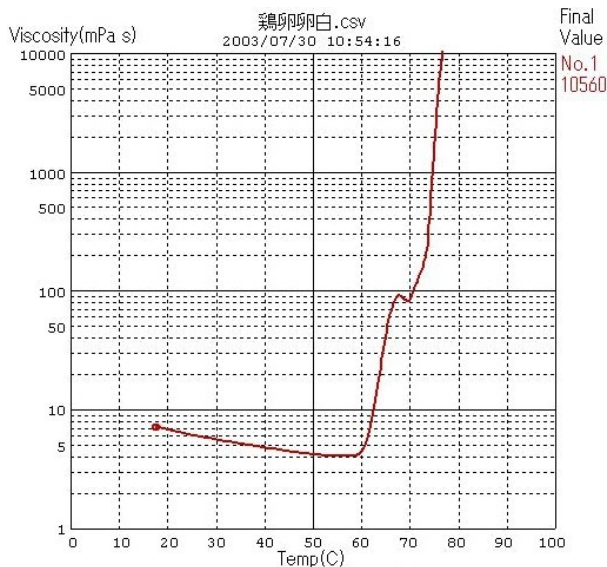


Fig.5 鶏卵卵白の凝集過程と温度依存性

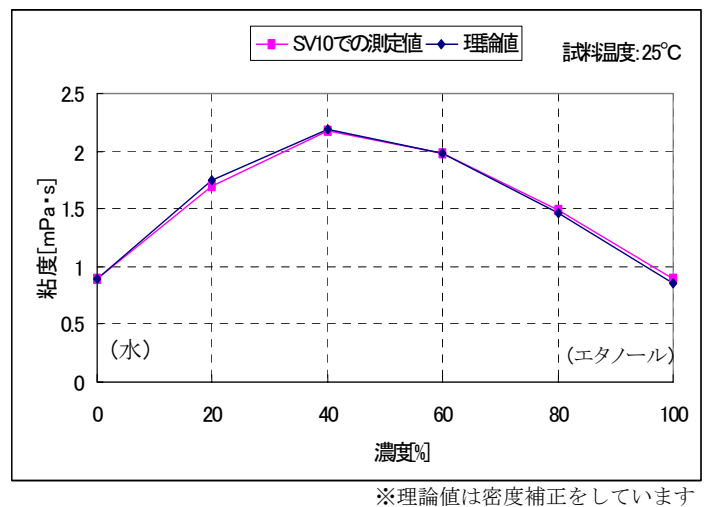


Fig 6.エタノール溶液の濃度と粘度

## 8) まとめ

新しい粘度測定方式となる、音叉振動式粘度計の特徴と測定実例について、簡単に説明しました。振動式粘度計では“粘度×密度”が測定されますが、例えば水で比較した場合、密度値の温度係数は、粘度値と比較し1/100程度と極端に小さく、“粘度×密度”を“静粘度”と表現することで、簡便に粘度に関わる各種物性変化を連続測定することが可能になります。また、既に粘度に関しては各種の測定方法が検証され、不確かさが確認された結果、粘度のJCSS規格制定され公開されています。これらの背景をから、あらゆる産業の研究開発、製造工程、品質管理などの分野において、今後ますます精密な粘度測定の機会が増し、産業の発展に貢献できる事を期待しています。

## 参考文献・その他

『改定粘度』川田裕郎 / 『実用工業分析』松山裕 /

『防錆管理 NO11,2004 : テクニカルレポート』金山勝喜 /

『食品と開発 2004 No.2 MEASUREMENT REPORT』金山勝喜

製品技術評価基盤機構 ホームページ / (株)A&D ホームページ