

## 第24回センシングフォーラム 投稿原稿

テーマ：静粘度〔sv〕と振動式粘度計について

(英題: Static Viscosity〔sv〕 and vibration-type  
Viscometer)

発表者：(株)エーアンドディ 設計開発本部

出雲直人、小岩井淳志

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：2007年10月25日(木)、26日(金)

会場：東北文化学園大学 (仙台市)

# 静粘度〔sv〕と振動式粘度計について

(株)エー・アンド・デイ 設計開発本部 ○出雲直人、小岩井淳志

## Static Viscosity〔sv〕 and Vibration type Viscometer

Naoto Izumo、Koiwai Atsushi

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

**Abstract** : Proposing The Static Viscosity(sv) , that is a New viscosity Unit. And Explain about a Vibration type Viscometer for mesuaring Static Viscosity(sv). That Insturment and new unit are demand for many industrial area. We explain for the measuring example, JCSS Standard and the structure of Vibration type Viscometer.

**Keywords** : Static Viscosity:(sv)、Vibration type Viscometer、JCSS:Japan Calibration Service System

### 1. はじめに

新しい粘度の単位となる静粘度を提案します。また静粘度測定を可能とした振動式粘度計の構成と実測例、及び静粘度測定への市場要求と JCSS 規格化について報告します。

内燃機関の発展と同期し粘度測定の歴史は古い。細管式を代表とする一定流路を通る液体の通過時間を計測し動粘度を求める方法と、液体に発生する回転トルクを計測し粘度を求める回転式の2方式が主な粘度測定方法として既に確立されています。それぞれの方式により求まる物理量は動粘度、粘度となり、動粘度に密度を掛けると粘度が求まります。この理由は動粘度が流路内を液体が落下する時間で表すと考えれば、計測時間が粘度に比例し、密度に反比例することとして容易に推測されます。上記2方式により粘度測定は確立された感がありましたが、近年ではより容易に、かつ正確な粘性をオンライン情報として測定管理したいとの要求が強まっています。また、測定対象となる液体に重心移動・回転力などの大きなエネルギー負荷をかけずに、測定系の干渉が最小の状態での液体本来の特性としての粘度を測定したいとの需要が増加しています。

この需要とは、より具体的には例えば液晶などにより構成される FPD 用 LCD 溶液、レジスト液、プリンターに代表されるインク、印刷用・工業用塗料、エンジン用潤滑オイル・グリス類、半導体用シリコン単結晶の表面研磨用溶液、ガラス表面のコーティング液、人の血液・骨髓液・胆嚢液、高分子溶液、ゴム系エマルジョン溶液、清涼飲料水・ビール・日本酒の粘度・糖度測定、レントゲン撮影用バリウム溶液、アルコール濃度の粘度による管理、銀ペースト・クリーム半田の粘度測定、粒度分布測定時の液体中ブラウン運動の粘度値補正、非イオン系界面活性剤の曇点測定、高分子溶媒の分子量推定、金型用離型剤の濃度管理、食品の素材と完成品の品質管理、化粧品の人体への塗布性能

評価、セメント・接着材・石膏の硬化過程測定など広範な分野に及びます。

このように多岐に渡る粘度測定要求は、工程上では材料の研究開発段階から商品の製造・品質管理、市場評価までの全工程が対象となっています。特殊な例として船舶用ディーゼルエンジンでは、航海途中の安全確保を目的としてエンジンオイルの粘度測定が規定されており、航海全行程での粘度値が管理の対象となっています。

一方、材料物性変化を測定するとの視点から見ると、液体から個体への硬化過程、液体の持つ粘度の温度係数の測定、物質の混合状態の把握、濃度・分子量の推定と時間経過、温度変化、混合比による可逆・不可逆変化を含む物性変化までを、粘性値の変化としてとらえたいとの需要があり、また、高価な試料を数 ml にて粘度測定したいとの要求も強まっています。

## 2、音叉振動式粘度計の測定原理と特徴（モデル化と不確かさ）

現在製品化されている振動式粘度計には、主に2方式があり、一つは回転式掬り振動を利用した物であり、もう一つは往復運動をベースとした音叉振動式となります。

振動式粘度測定は古くから理論<sup>1)</sup>が提案されていましたが、実現する技術が比較的難しく、過去多くの失敗例があります。またこの技術的な壁が機器の生産を阻み、また振動式粘度計で測定される“静粘度”の単位系確立を遅らせたと言えます。



Fig 1. 音叉振動式粘度計 SV-1A

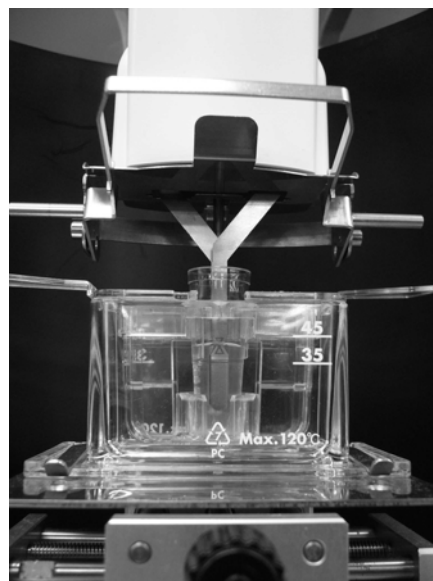


Fig 2. センサー部と2ml容器

ここでは、代表的な振動式粘度計として音叉振動式粘度計について説明します。Fig1、2にその外観の構成を示します。Fig1が粘度計の表示部と計測部外観、Fig2が計測部の粘度検出部分の拡大写真となります。この粘度計では2 ml からのサンプルを水相当の 1 mPa・s から測定できます。

Fig3 の粘度検出機構のモデル図を参照しながら測定原理について簡単に説明します<sup>2)</sup>。液体中に平板形状となる振動子と呼ばれるセンサ端子を浸し、振動子の平面方向に往復

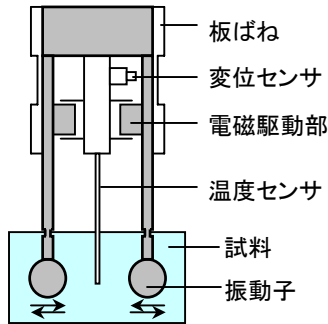


Fig 3. 粘度検出部の機構

運動を与えると、振動子はその液体の粘度と密度の積に比例した抵抗力(トルク)を受けます。

この振動子に発生するトルクを検出する事で、静粘度の測定を行うことが可能となります。原理的には簡単ですが、製品化には振動子に発生するトルクの反力を機構上で抑えたり、ある固有振動数でシャープな共振を起こさなければ高い精度でのトルク検出が出来ないなどの技術的な問題点があります。音叉振動式粘度計では2枚の板状振動子を平板方向に平行配置し、この二枚の振

動子を支持固定するホルダーをゴム製ダイヤフラムで吊った状態としています。このことで構造体の剛性が振動子に干渉しない様にし、音叉同様に共振させることを可能とし、反力を抑え同時に鋭い共振点を維持しました。

この結果水近辺の低粘度  $1.00\text{mPa}\cdot\text{s}$  からハチミツ程度の  $10,000\text{mPa}\cdot\text{s}$  までの連続測定を可能としています。この時、粘度計内部での分解能は最小表示桁÷最大表示： $0.01\text{mPa}\cdot\text{s}\div 10,000\text{mPa}\cdot\text{s}=100$  万分の1に達します。得られるトルクはモデル化された運動方程式を計算する事で、粘度と密度の積に比例する事が理解されます。

以下にJCSS規格化に必要な振動式粘度計の理論モデル(モデルイクエーション)について説明します<sup>1)</sup>。

Fig1 で示す機構において、振動子が周波数  $f$  で振動する場合、液体から振動子が受ける機械的インピーダンス  $R_z$  は  $R_z = A\sqrt{\pi f \eta \rho}$  となり、左式を構成する各内容は、

$f$  : 振動周波数 (Hz)、 $A$  : 振動片の両面の面積、 $\eta$  : 液体の粘度、 $\rho$  : 液体の密度となります。ここで、電磁駆動部が振動片に一定の振動速度  $Ve^{i\omega t}$  を与えている力を  $F$  とすると

$$R_z = \frac{F}{Ve^{i\omega t}} = A\sqrt{\pi f \eta \rho}$$

と表すことが出来ます。上式から電磁駆動部が与える力は静粘度 (粘度  $\eta$  と密度  $\rho$  の積) に比例していることがわかります。

実際の測定では、試料となる液体に対して振動子が常に一定の振幅を維持するよう電磁駆動部に発生するトルクを制御し、その制御に必要な電流が粘度×密度すなわち静粘度に比例します。振動式粘度計は上記理論モデル化及び不確かさの確立により、粘度標準液、細管式粘度計、回転式粘度計と共に2006年4月24日付けにてJCSS規格化されました。次に不確かさの見積り例をTable 1に示します<sup>3)</sup>。例では、音叉振動式粘度計SV-10を粘度校正用標準液JS20にて20°Cの温度環境にて校正を行なった際の不確かさの見積りを行っています。

Table 1 : 音叉振動式粘度計の校正の不確かさ見積もり例 (粘度校正用標準液 JS20 20℃)

不確かさの要因	不確かさ成分	分布	不確かさの相対寄与(%)
校正液による不確かさ	校正液	正規	0.062
温度測定による不確かさ	正確さ	矩形	1.20
校正作業による不確かさ	液面調整	矩形	0.72
その他の要因による不確かさ	繰返し性	正規	1
	丸め誤差	矩形	0.21
合成標準不確かさ			1.74
拡張不確かさ (k = 2)			3.48

不確かさとは、一言で言うと旧来誤差と言われる計測誤差に関わる各種の要因をそれぞれに分析し、また体系化してまとめ、その各要因毎に妥当な重さ付けを行い、最終的に総合的な誤差の集積を数値表示したものです。Table1を参照すると、例えばJS20の粘度の温度係数が-4.1%/°Cと比較的に大きいことから、温度による不確かさが合成不確かさを支配していると言えます。JS20に限定されず、粘度校正用標準液の温度係数が大きいことから、一般的にも温度測定による不確かさが粘度計測の場合の主要な不確かさとなる事が推測されます。

### 3、静粘度の次元解析について<sup>4)</sup>

振動式粘度計で求まる静粘度について検討を加えます。現在、粘性を表す単位としては動粘度と粘度が広く使われています。振動式粘度計で求まる静粘度については、実用になってからの時間経過が少ない為、未だ一般的な単位として展開認識されるに至っていません。しかし、新しい測定機器が完成し社会の要求する新しい計測技術へのニーズを満たしている現状からも、新しい単位として静粘度の一般化が必要であると考えられます。静粘度と既存粘性を表す単位系の関係を簡単にまとめると以下となります。

①呼称(日本語)	動粘度	粘度	静粘度
(英語)	Kinematic Viscosity	Viscosity	Static Viscosity
②定義	粘度÷密度	粘度	粘度×密度
③SI単位	m <sup>2</sup> /sec (平方メートル毎秒)	Pa・s (パスカル秒)	Pa・s × kg/m <sup>3</sup> (パスカル秒×密度)
④次元	L <sup>2</sup> /T	ML <sup>-1</sup> T <sup>-1</sup>	M <sup>2</sup> L <sup>-4</sup> T <sup>-1</sup>
⑤CGS単位	stokes (ストークス)	cP (センチポアズ)	cP × g/cm <sup>3</sup> = <span style="border: 1px solid black; padding: 2px;">s v</span> (センチポアズ×密度)
⑥単位換算	1 m <sup>2</sup> /sec = 10 <sup>6</sup> cSt	1 Pa・s = 10 <sup>3</sup> cP	<span style="background-color: #e0e0e0;">1 Pa・s × kg/m<sup>3</sup></span> <span style="background-color: #e0e0e0;">= 1 s v</span>
⑦測定方式	細管式など	回転式	振動式
⑧粘度への変換	密度補正必要	—	密度補正必要

**Table 2 : 動粘度、粘度、静粘度の比較表**

例えば水は 20°C でほぼ 1.0mPa・s の粘度となりますが、その時の水の密度を 1.0g/cm<sup>3</sup> と仮定すると、その時の動粘度と静粘度の値はそれぞれ 1.0cP、1.0sv となります。

4、静粘度の測定実例について<sup>5)</sup>

音叉振動式粘度計を利用した静粘度の測定例について説明します。グラフでは混乱を避ける為、縦軸を粘度表示していますが、実際に測定されている物理量は静粘度 [sv]

であり、密度を 1.0 [g/cm<sup>3</sup>] と仮定している事に注意願います

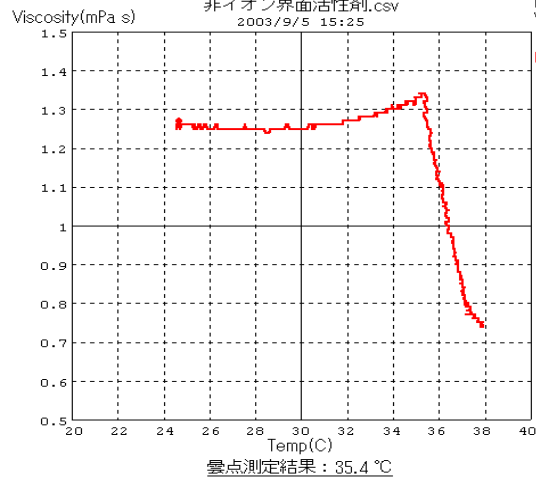


Fig 4. 界面活性剤の曇点測定

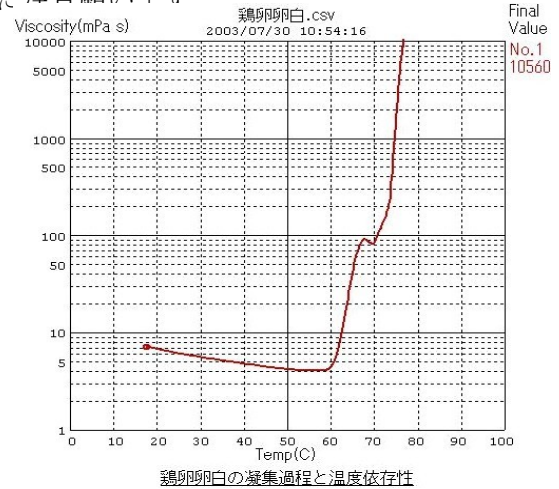


Fig 5. 卵白の凝集過程

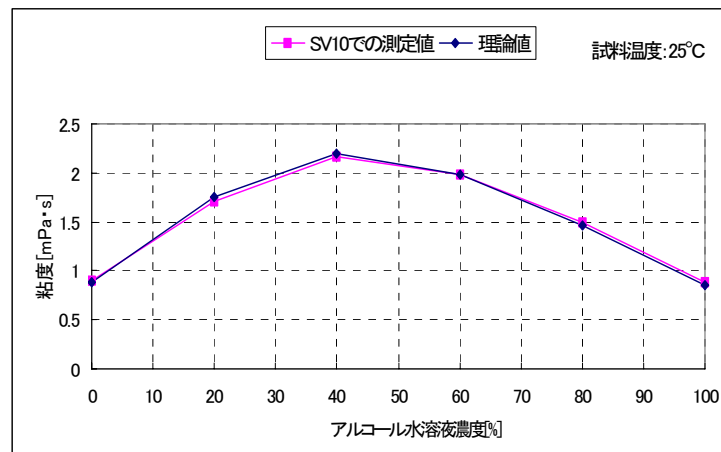


Fig 6. アルコール水溶液と粘度

Fig. 4 は非イオン系界面活性剤の曇点を測定した例です。加熱により徐々に粘度が増しますが、35.4°C を境に急激な粘度低下が測定されます。この点が界面活性剤の水素結合が切れて、油溶性となり水溶液が濁り始める温度、つまり曇点となります。界面活性剤の曇点は、活性剤の基本性能・機能を設計する上で最も重要な測定となります。過去光学式の曇点計はありましたが、物理的な特性を表す静粘度により曇点測定が可能となった事は画期的との評価を業界から頂いています。

Fig.5 は卵白の加熱による硬化過程を静粘度で表したものです。加熱と共に粘度は低下しますが、60℃を境に粘度値が急上昇していきます。また 68℃付近に小さな粘度のピーク値が見られる事から、異なるたんぱく質の熱硬化過程を感度良く測定していると推測されます。

Fig.6 ではアルコールと水の割合を変えた水溶液の粘度測定を行っています。アルコールの濃度が上昇すると粘度値は上昇しますが、濃度 40%を境に濃度上昇により粘度低下が確認されます。この現象は理論的に確立されており、振動式粘度計により理論値と同じ粘度変化が実測されました。

## 5、まとめ

過去長い間、粘度の測定は細管式、回転式、カップ方式などに限定されてきました。それはある意味安定した市場を形成していたと言えます。しかし、例えば日本経済の状況を見ても、過去の繁栄は続かず、元気のある業界は、海外での競争力を維持している輸出を主体とした自動車産業、2次電池を含む電子部品・電子機器産業と、この業界に素材、部品、機器を供給している材料業界と要素メーカー、品質を維持する為に必要となる計測機器・分析機器・精密機械関係などの生産財供給市場などに限定されています。

これらの業界に言える事は、日本の持つ製品の企画開発力と品質管理力と自動化がワールドワイドでの競争力の根源となっている事です。またそれを支える新しい計量・計測・分析技術とそれを実現する機器の存在が重要であることを意味しています。

総合的な研究開発体制の維持が重要な一方、生産ラインを含めた産業に対する各種規格・規制の強化が進んでいます。例えば液体関係の物理特性・性状の評価、把握などでは基礎研究レベルから生産ラインでの品質管理までの技術力強化は必然の状況となり、液体の特性を表す基礎データとして粘度をより正確に、なおかつ短時間で効率良く測定したいとの要求が顕著となっています。新規開発した音叉振動式粘度計はこの潜在需要を満たす多くの基本性能を持っており、この粘度計を利用した静粘度測定により、新しい技術分野を開拓できる可能性があります。

今後の日本経済を支える上記成長産業の継続的発展には、新しい粘度の単位となる“静粘度”の導入が有効と判断されます。また、技術確立後、既に製品化された音叉振動式粘度計による“静粘度”測定により、わずかでも上記技術分野で貢献できる事を願っています。

#### 参考文献

- 1) 川田裕郎：改訂粘度、コロナ社(1976)
- 2) 松山裕：実用工業分析、財団法人省エネルギーセンター(2002)
- 3) 独立行政法人製品評価技術基盤機構認定センター(NITE)：JCSS 不確かさ見積りに関するガイド(登録に関わる区分：粘度 計量器の区分：粘度計)、NITE(2006)
- 4) 出雲直人：振動式粘度計で測定される物理量について、計測自動制御学会センシングフォーラム 2007年 (投稿)
- 5) A&D ホームページ資料参照 <http://www.aandd.co.jp/adhome/products/balance/sv.html>