

新しい粘度計（SV-10）の技術と適用

株式会社 エー・アンド・デイ

1. まえがき

最近、各種工業分野の研究、開発、品質管理において液状物質の性状測定および解析の必要性がたかまっている。新素材の出現および品質の高機能化および高密度・高実装化に伴い、測定対象物の粘度測定あるいは対象物の物性変化の代用特性値としての粘度測定が多くなってきている。

従来より粘度測定は、回転式粘度計、毛細管式粘度計、落体式粘度計、回転振動式粘度計などの機種が用途別に使用されてきた。

このたび報告する粘度計は、従来の機種とは異なり粘度検出部に音叉型振動機構を採用し、新たな設計思想に基づき開発した粘度計（SV-10）であり、多くの特長を有していることから測定方法の機構・理論、特長および応用例などについて報告する。

粘度計の外観

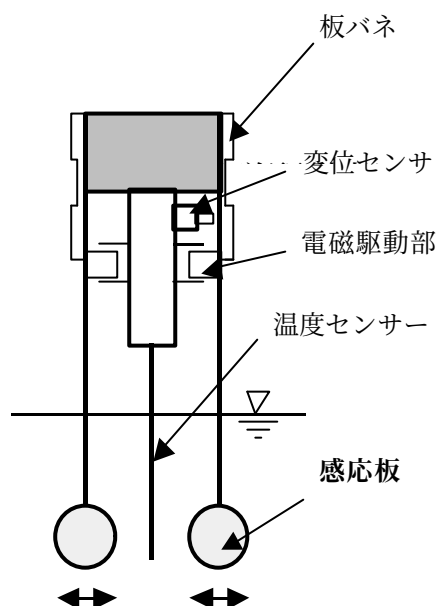


2. 粘度測定機構および測定理論

本粘度計は、検出器の振動系を音叉型とすることにより支持部への反力を抑え、安定した正弦振動を得ることを可能とし、共振振を利用していることに大きな特徴がある。

粘度検出器の機構は図－１に示すとおり先端に感応板を取り付けた一对の板バネを一定の振動数で逆位相に振動させ、測定試料中に挿入した感応板と試料の間に生じる粘性抵抗の相違を、加振力である駆動電流の変化として検出し、駆動電流と粘性抵抗との間の比例関係から測定試料の粘度を求めるものである。

図－１ 粘度検出器機構



ここで、自由振動における振動は抵抗が作用した場合、エネルギー消失のため減衰するが、外部から加振力を与え続ければ一定の振幅を伴った振動を継続する。一般に加振力 $F = F_0 \sin \omega t$ の作用下にある 1 自由度の粘性減衰振動系は①式の運動方程式で示されている。

$$F = m \cdot \frac{d^2 X}{dt^2} + C \cdot \frac{dX}{dt} + K \cdot X \text{ ----- ①}$$

ここで右辺第 1 項は振動の慣性力、第 2 項は粘性減衰力、第 3 項はバネの復元力を現す。

この振動系を共振振動させると、慣性力とバネの復元力は互いに等しく打ち消しあって釣り合い、強制振動を与える限り②式に示す粘性抵抗に応じた振幅値を伴って振動を継続する。

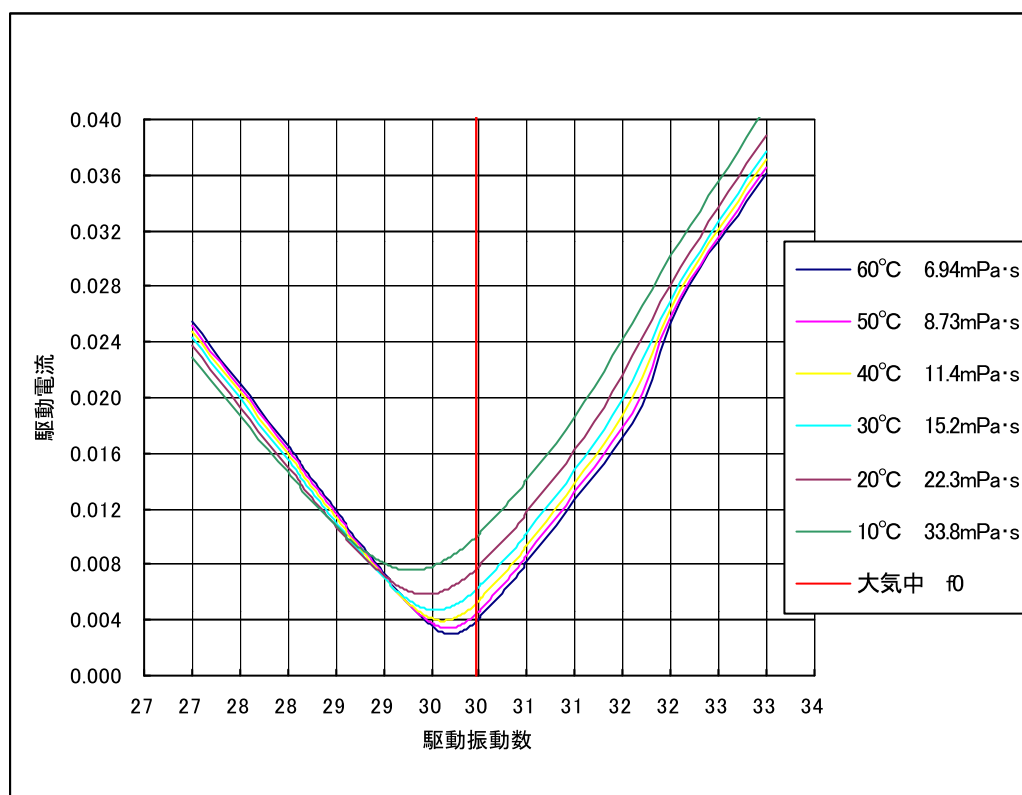
$$X = F / C \cdot \omega n \text{ ----- ②}$$

X：振幅、 F：加振力、 C：粘性減衰係数、 ωn ：検出器の固有振動数

従って、検出器の固有振動数と同一駆動振動数により一定振幅値で共振振動させた場合、加振力と粘性減衰係数は比例関係にあるといえる。

図－２に粘度計校正用標準粘性液 J S 2 0 を用い、温度を 1 0℃～6 0℃まで 6 段階に変化させて粘度値を変え、振動振幅値を一定として駆動振動数を変化させ、駆動電流の変化を示した検出器の共振振動特性を示す。

図一 2 検出器の共振振動特性



この結果、各粘性試料とも共振点において慣性力と復元力は等しく釣り合って駆動電流値は最小値を示し、低粘度ほど駆動電流値は小さな値が得られた。

本粘度計検出器の振動特性は1自由度の粘性減衰振動系として再現性が高く、共振振動時の加振力は粘性減衰力のみに釣り合っている。このため振動振幅値を一定として検出器の固有振動数に等しい駆動振動数（30Hz）にて振動させることから粘性減衰係数としての粘度の相違を駆動電流の差として捕らえられることが判る。

また従来より、感応板に一定の振動振幅を与えている力をFとすると、Fは液体の粘度によって作用する力（ $R_z \cdot V e^{j\omega t}$ ）と粘度計固有の内部的な抵抗力和との和に等しいとされ③式に係式を示す。

$$R_z = A \sqrt{\pi f \eta \rho} \quad \text{-----} \quad \text{③}$$

f : 振動数 $\omega = 2\pi f$ (Hz)、A : 振動片の両面積
 η : 粘度、 ρ : 密度

従って、共振状態において、機械的インピーダンスZの抵分を R_z を求めれば、粘度・密度が求められる事になる。

ここで、本粘度計では、 $R_z = \text{力 (F)} / V e^{j\omega t}$ において

F (N) = $K \cdot B \cdot L \cdot I$ であるから

K : フェライト中心から感応板中心までの補正係数

B : 磁束密度 (T) L : コイル長 (m) I : 駆動電流 (I)

$$V e^{j\omega t} = \omega X = 2\pi f X$$

X：片振幅（ μm ）変位センサの出力電圧より求める。

f：振動数（Hz）

従って、A：感応板面積（ cm^2 ）、B：磁束密度（T）、L：コイル長（m）、 ω ：角振動数（ rad/s ）が一定であるから、機械的インピーダンスZの抵抗分を R_z はI：駆動電流／X：片振幅（ μm ）の関数として求められる。

本粘度計では振幅を一定制御しているため、粘度は、あらかじめ粘度・密度の既知である粘度計校正用標準液を用いて駆動電流の変化量として基本式を求めた。

なお、理論的には R_z と $A\sqrt{\pi f \eta \rho}$ は線形変化の関係であるが、駆動振動数を気中での共振振動数30Hz一定として駆動しており、粘性低下による共振振動数の低下に駆動振動数を一致させていないため、感応板の端面、気中抵抗、板バネの構造粘性などの粘度計固有の内部的な抵抗力（ $R_m \cdot V e^{j\omega t}$ ）の要因により関係式は非線形となるためa、b、cを装置定数として定め、④式に示す2次関数式を粘度計の基本式として駆動電流（I）より粘度を求めるものである。

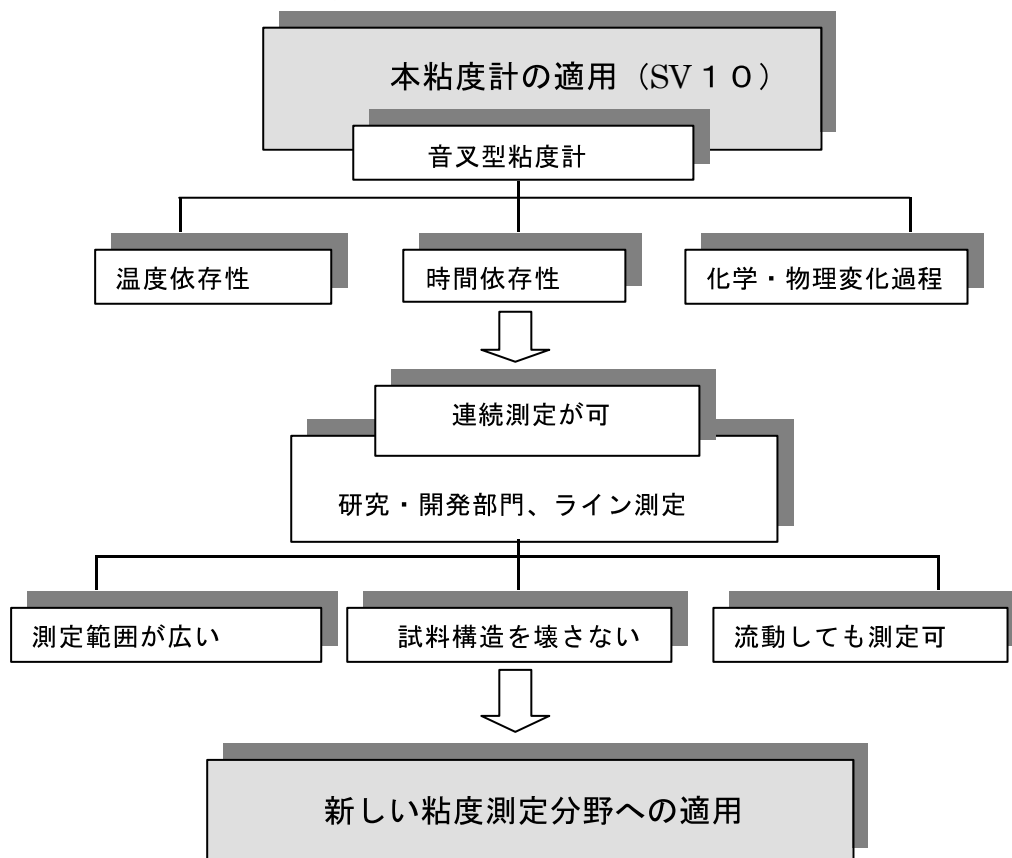
$$\text{Log } \eta \cdot \rho = a \text{Log } I^2 + b \text{Log } I + c \text{ ----- ④}$$

η ：粘度（Pa・s） I：駆動電流（A） ρ ：密度

測定装置の粘度表示は R_z が粘度（ η ）と密度（ ρ ）の積の関数であるため、実用上の簡便さを考慮して密度が1.00の場合とし、測定試料の密度が異なる場合には密度の補正を行うものとした。

3. 本粘度計の適用

図—3 本粘度計の適用



本粘度計の市場への適用は図－３に示すとおりである。従来方式の粘度計が各種工業会などで規格化され使用されているが、本粘度計の特長を生かして新しい粘度測定分野への適用を目指すものである。

具体的例をあげると、粘度値は殆どすべての物質が温度依存性があるため、正確に温度を測定しないと粘度値の信頼性が乏しくなる。本粘度計は感応板の熱容量が小さく、平衡温度時間が短いため測定試料の温度測定が正確であることから、塗料・印刷インキ業界、石油化学製品などへの適用が考えられる。

また、粘度測定範囲が広く、微小な振動振幅の応答より求め、連続測定が可能であることからゾル～ゲル状に変化する測定試料の硬化過程が測定可能とである。フィルム・写真業界でのゼラチンの測定、化粧品、食品、化学・樹脂業界などにおけるゾル・ゲル変化点、接着材、樹脂における硬化点など従来の粘度計では測定が不可能であった測定試料の化学・物理変化過程の定量が粘度値として定量できる。

従来から、粘度のラインプロセス管理の要望は多くあり各種測定方法が提案されているが、現状ではラインシステムが完全に構築されている状況には無いと思われる。

本粘度計は連続測定が可能であり、測定試料が流動していても測定が可能であることから、専用のオーバーフロー測定槽を設置することによりラインへの粘度測定が可能となる。近年各種塗料の高機能化などから製品が高密度実装の傾向にあり、高い粘度分解能が要求されたきた。本粘度計は測定・再現精度が高いことから、塗料・印刷業界、電気・精密業界での蛍光体スラリー、レジストインキ、ジェットインキなどへのライン粘度管理への要望が高い。

粘度測定試料は、スラリーやエマルジョンなどの非ニュートン性試料が多いが、振動周波数が従来の振動式粘度計よりも30 Hz と低く、感応板形状が薄型プレートをしているため、試料組織を壊すことなく安定した測定値が得られるが、粘度測定方式により測定値の絶対値が異なることには留意する必要がある。

また、共振振動により高度な分解能を有していることから、界面活性剤などの曇点の測定および濡れ性などの表面・界面変化などの粘度測定以外の物性変化の測定なども可能としている。

4. 本粘度計の特長と仕様

－特長－

- ① 測定精度は読値でフルレンジ $\pm 3\%$ 以内と高精度であり、測定粘度領域において $\pm 1\%$ 以内に測定可能な校正機能を内蔵。
- ② 検出器の治具を交換することなく、0.3~10000mPa・s までと測定粘度範囲が広く、粘度連続測定が可能。
- ③ 測定試料接触部の感応板熱容量が小さいため、平衡温度時間が短く試料の試料の温度測定が正確である
- ④ 粘度・温度の経時変化を長時間連続的に測定でき、検出器の慣性がないため急激な粘度変化にも追従することができる。
- ⑤ 非ニュートン流体でも感応板形状に薄型プレートの採用により試料組織の変形が少なく安定した粘度値を測定することができる。
- ⑥ 振動周波数が30 Hz と低いため、微小な気泡を壊すことなく測定でき、比較的大きい気泡が分散している場合は気泡に影響無く測定できる。
- ⑦ 試料が流動状態であっても測定が可能であり、ラインへの利用が広がり、ラボと同一データでの現場管理が可能。
- ⑧ 共振振動により高度な分解能を有しており界面活性剤などの曇点の測定および濡れ性な

どの表面・界面変化などの測定が可能。

- ⑨ 試料容器を粘度計にセットし、START キーを押すと数秒間で粘度測定結果ができる。
- ⑩ パソコンへデータを取り込み、リアルタイムグラフ化する専用ソフトを標準装備。

—仕様—

- ・測定方式 : SV 型 (音叉型振動式) / 固有振動数 3 0 Hz
- ・測定粘度範囲 : 0.3~10,000 mPa・s
- ・測定精度 : フルレンジ±3 % (再現精度: ±1 %)
- ・動作温度 : 10℃~40℃
- ・サンプル量 : 35ml~
- ・試料温度測定部 : 0~100℃
- ・表示部 : 蛍光表示管
- ・通信機能 : RS-232C 標準
- ・外形寸法 : 計量部 332(W)×314(D)×535.5(H)mm
表示部 228(W)×132(D)×166(H)mm
- ・標準付属品 : データ通信ソフト (WinCT-Viscosity)、樹脂性サンプル容器、RS-232C ケーブル(25P-9P)
- ・オプション : アナログ出力、プリンタ AD-8121

5. まとめ

我々の身近に存在する食料品、化粧品、電気製品、家庭用日用品など、ほとんどすべての製品製造過程における研究開発、工程管理および品質管理などに、粘度測定は重要な要素として測定されている。

近年は各種製品の高品質・高機能化および品種の多様化などが要求され、粘度・流動性の測定は重要な特性値として高い分解能が要求されてくる傾向にある。

本粘度計はこのような市場要求に対し、粘度検出部に音叉型振動機構を採用した新たな測定方法を提供するもので、多くの特長を有していることから各種規格にとらわれない新たな粘度特性値として各業界分野において有効に利用できるものと思う。

本報告は従来の粘度測定方法とは異なる設計思想に基づき開発した粘度計 (SV-10) の測定機構および理論、本粘度計の適用性、特長と仕様などについて報告した。

今後は市場動向をふまえ、測定粘度範囲の高粘度・広範囲化、測定装置の防爆化、ラインプロセスへの対応、流動性測定を目的としたレオロジー機能の搭載などの開発を進め、本粘度計システムの充実を図りさらに幅広い業界に対応していくことを予定している。