圧電振動子の横効果を用いる等価回路モデルに基づく 粘度測定に関する研究

2019年 3月

安立 隆陽

圧電振動子の横効果を用いる等価回路モデルに基づく 粘度測定に関する研究

安立 隆陽

システム情報工学研究科

筑波大学

2019年 3月

概 要

粘度は、ウスターソース類、乳酸菌飲料や練乳等の液状食品、あるいは、自動車のエンジ ンオイルのような機械油など、様々な液体において品質を表す重要な指標であり、品質検査 のために粘度測定が行われる.粘度測定の省力化のために、試料の量によらず測定が可能で あったり、測定後の洗浄などの器具の取り扱いが容易であったりする粘度計、あるいは、配 管の中を移送される液体を直接オンラインで測定できる粘度計が必要とされている.比較 的簡便に測定でき、広く普及している粘度計としては、コーンプレート型や単一円筒型の回 転式粘度計、あるいは、振動式粘度計が挙げられる.しかし、これらは円筒状や薄板状のプ ローブを試料に挿入して測定するため、プローブが破損しやすい構造であり、取り扱いには 注意を要する.したがって、より取り扱いの容易な粘度計を実現するためにはプローブが突 出しない粘度計を実現する必要があると考えた.

このような粘度計を実現するために、容器の底面や壁面をプローブとして振動させるこ とを考え、そのために圧電振動子を用いた粘度測定手法に関する先行研究に着目した.圧電 振動子を用いる手法は、振動式粘度計の駆動部に圧電振動子を使用し、圧電振動子の電気イ ンピーダンスを測定することで粘度を算出するものである.圧電振動子に取り付けた薄板 状や針状のプローブ、あるいは、圧電振動子そのものをプローブとして液体に接触させて振 動させることにより、液体から粘度と密度の積の二乗根に比例するずり応力を受け、このず り応力に応じて、圧電振動子の電気インピーダンスが変化する.圧電振動子とプローブが一 体となっているものについて、水晶振動子の厚みすべり振動を利用するものは、容器壁面に 水晶振動子を使用できるが、1.3 - 48 (mPa·s)程度の粘度範囲の測定であり、高粘度におい ては理論値よりも測定値が小さくなることが報告されている.また、円板状の圧電セラミッ ク振動子の直径方向の振動を利用するものは、10 - 1000 (mPa·s)の粘度範囲を測定している が、圧電振動子を液体中に吊下げており、プローブが突出する構造となっている.

そこで、本研究では、液体中にプローブが突出せず、少量の試料を測定可能であり、広範 な粘度を測定可能な粘度計を実現することを目的とした。そのために、容器底面にプローブ となる円板状の圧電振動子の外周部を固定するように埋埋め込むこと提案し、固定の影響 を受けずに圧電振動子が面内振動する振動モードとして横効果中央部振動を提案した。そ して、この提案する粘度液について、シミュレーションと実験により、粘度測定が可能か検 証を行った。

本論文は、全6章で構成される.第1章では、本研究の背景について説明した.従来の粘 度計測手法を示してその特徴を整理するとともに、本研究で着目した圧電振動式粘度計に ついて先行研究を示した.本研究では取り扱いの容易な粘度計を実現するために、液体中に プローブが突出せず、少量の試料を測定可能であり、広範な粘度を測定可能な粘度計を実現 することを目的とした. 第2章では、圧電振動式粘度計の測定原理について、測定対象をニュートン性の液体と 非ニュートン性の液体に分けてそれぞれ説明した.ニュートン性の液体では、圧電振動子 が液体の粘性による作用力を受ける場合における圧電振動子の力学モデルと電気的等価回 路モデルの対応を示した.液体の粘性による作用力を受けるとき、圧電振動子の電気的等 価回路における抵抗成分は、圧電振動子単体の抵抗成分と、密度と粘度の積の二乗根に比 例する抵抗成分を合成したものとなる.そして、圧電電振動子の電気インピーダンス測定 に基づく等価回路解析によってこの抵抗成分を測定できることから、密度既知の場合にお いては液体の粘度を算出できる.また、非ニュートン性の液体については、これをケルビ ン・フォークトモデルで表せる粘弾性体と見做して、圧電振動子が粘弾性体から作用力を 受ける場合における力学モデルと電気的等価回路モデルの対応を示した.このとき、圧電 振動子の電気的等価回路における抵抗成分が圧電振動子の抵抗成分と粘弾性体の減衰係数 に比例する抵抗成分を合成したものとして表され、容量成分が圧電振動子の容量成分と粘 弾性体のばね定数に相当する係数に比例する容量成分を合成したものとして表される.そ して、圧電電振動子の電気インピーダンス測定に基づく等価回路解析によってこれらの合 成抵抗と合成容量を測定できることから、粘弾性に関わる係数を算出できることを示した.

第3章では、提案する横効果中央部振動方式の圧電式粘度計について、その概要を示し たうえで、これを実現するための電極配置を提案した.そして、有限要素法によるシミュ レーションにより提案する振動モードを実現可能か検討するとともに、実際に圧電振動式 粘度計を作製して励起される振動モードの検討を行った.シミュレーションでは円板状の 圧電振動子と提案する電極配置を用いて横効果中央部振動が励起されることを確認し、加 えて、横効果中央部振動は概ね面内振動するため測定原理を適用できる見込みを得た.そ して、圧電振動式粘度計を作製して電気インピーダンスを測定した結果、圧電振動子を容 器底面に埋め込む前においても埋め込んだ状態においてもシミュレーションと同様の直列 共振周波数が得られた.そのため、作製した圧電振動式粘度計においても横効果中央部振 動の振動モードが励起されると考えられる.

第4章では、ニュートン性の液体としてシリコーンオイルの粘度標準液を対象とし、作成 した圧電振動式粘度計による粘度の測定を試みた.その結果、横効果中央部振動を用いるこ とで、測定原理で示したように、圧電振動子の等価回路の抵抗成分に、試料の密度と粘度の 積の二乗根に比例した変化量が現れることが確認できた.そこで、10 mL の試料に対して粘 度の測定精度を検証したところ、4.7 - 985 (mPa·s)の粘度範囲において、粘度の真値に対す る誤差が -1% から +24% となった.市販の振動式粘度計の測定精度は ±3% 程度のた め、実用的には精度の向上が必要であるが、容器底面に埋め込んだ圧電振動子を用いて粘度 測定を行えることがわかった.

第5章では、非ニュートン製の液体として、キサンタンガムを主成分とするとろみ調整食品と水の混合液を対象として、粘弾性の測定を試みた.その結果、試料の濃度が大きくなり、 粘性と弾性が大きくなると、圧電振動子の電気的等価回路の解析結果は試料をケルビン・フ ォークトモデルで表せる粘弾性体と見做しただけでは説明できないものとなった.その原因の一つとして反射波の影響が考えられるため、粘性や弾性の大きな非ニュートン性の液体の粘弾性を測定するためには、このような影響も考慮する必要があると考えられる.

第6章では、本論文の結論を述べた.提案する容器底面に圧電振動子を埋め込んだ圧電振 動式粘度計を用いることで、ニュートン性の液体に対しては、液体中にプローブを突出させ ず、少量の試料に対して広範な粘度範囲を測定可能であることを示した.これにより、提案 手法によって、取り扱いの容易な粘度計の実現ができ、粘度計測の省力化に貢献できること を示した.また、プローブ埋め込み型の粘度計が実現できたことから、今後の展望として、 配管などへの埋め込みによるオンライン計測への応用が期待される.一方で、非ニュートン 性の液体に対する粘弾性測定のためには、試料の粘性や弾性が大きくなるにつれて、試料を 単純にケルビン・フォークトモデルで表せる粘弾性体と見做しただけでは粘弾性測定が行 えなくなることがわかった.そのため、非ニュートン性の液体の粘弾性を測定するには、反 射波の影響など、圧電振動子の振動に影響する広範な要因を考慮する必要がある.

H	次
	~

第1	章	序論	1
1.	1	研究の背景	2
1.	2	従来の粘度計	2
		1. 2. 1 回転式粘度計	2
		1. 2. 2 振動式粘度計	3
		1. 2. 3 圧電振動式粘度計	3
1.	3	研究目的および論文構成	4
第2	2章	ニ 圧電式粘度計の測定原理	6
2.	1	ニュートン性の液体の粘度	7
2.	2	圧電振動子を用いた粘度測定原理	7
		2.2.1 液体の粘性により圧電振動子に作用する力	7
		2. 2. 2 圧電振動子の電気的等価回路と	
		液体の作用力の関係	9
		2.2.3 圧電振動子の電気インピーダンス測定に基づく	
		液体の粘度の算出	10
2.	3	非ニュートン性の液体の粘弾性	11
2.	4	圧電振動子を用いた粘弾性測定原理	11
		2.4.1 粘弾性体の機械的モデルと電気的等価回路	11
		2. 4. 2 圧電振動子の電気インピーダンス測定に基づく	
		係数の算出	13
2.	5	むすび	13
第3	8章	は 横効果中央部振動方式を用いる圧電振動式粘度計	14
З.	1	横効果中央部振動方式の概要	15
З.	2	シミュレーションによる振動モードの解析	17
		3. 2. 1 シミュレーションの設定	17
		3.2.2 シミュレーション結果および考察	17
З.	3	作製した圧電振動式粘度計の電気インピーダンス測定	20
		3.3.1 作製した圧電振動式粘度計と実験系の構成	20
		3.3.2 実験結果および考察	21

3.4 むす	び
--------	---

第4	4章	ニュー	トン性の液体に対する粘度測定実験	25
4.	1	実験系の様	ត 成および測定方法	26
4.	2	実験結果お	るよび考察	26
		4.2.1	アドミタンス円の形状	26
		4.2.2	$(ho\eta)^{1/2}$ と R_z の関係	28
		4.2.3	粘度測定精度	30
4.	З	むすび		32

第5章 非ニュートン性の液体に対する粘度弾性測定実験 33

5.	1	実験系の構成および測定方法						
5.	2	実	34					
		5.	2.	1	回転式粘度計による測定値	34		
		5.	2.	2	アドミタンス円の形状	35		
		5.	2.	3	R_z および $1/C_z$ と粘度の関係	36		
5.	3	む	すび			38		

第6章 結論

39

43

24

謝辞

参考文献

45

×	2. 1	液体中の流速分布とずり応力	7
×	2. 2	圧電振動子の電気的等価回路および力学モデル	10
×	2. 3	圧電振動子が液体の粘性による作用力を受ける場合の	
		電気的等価回路および力学モデル	10
×	2. 4	粘弾性体の力学モデル	12
×	2. 5	圧電振動子がケルビン・フォークトモデルで表される	
		粘弾性体からの作用力を受ける場合の電気的等価回路	
		および力学モデル	12
×	3. 1	提案する圧電振動式粘度計の概形	15
×	3. 2	径方向振動の電極配置と振動モード	15
×	3. 3	横効果中央部振動の電極配置と振動モード	16
×	3. 4	シミュレーションにより得られたコンダクタンス	18
义	3. 5	シミュレーションにより得られた振動モード	18
×	3. 6	粘度によるコンダクタンスの変化及び R_z (径方向振動)	19
×	3. 7	粘度によるコンダクタンスの変化及び R_z (横効果中央部	
		振動 137 kHz)	19
×	3. 8	粘度によるコンダクタンスの変化及び R_z (横効果中央部	
		振動 158 kHz)	19
×	3. 9	作成した圧電振動式粘度計および実験系	20
×	3. 10	圧電振動子を容器に埋め込む前の空気中における	
		コンダクタンス	21
义	3. 11	圧電振動子を容器に埋め込んだ状態での空気中における	
		コンダクタンス	21
义	3. 12	各振動モードにおける圧電振動子を容器に埋め込む前後の	
		アドミタンス円	22
×	4. 1	径方向振動の場合のアドミタンス円	27
×	4. 2	横効果中央部振動の場合のアドミタンス円	27
义	4. 3	径方向振動の場合の R_z	29
义	4. 4	横効果中央部振動の場合の R_z	29
义	4. 5	粘性によって伝わる振動の速度振幅	30
义	4. 6	R_z の平均値と標準偏差	31
义	4. 7	R_z の平均値に対する標準偏差の比率	31

図目次

义	4. 8	算出した粘度の平均値と標準偏差	31
义	4. 9	算出した粘度の標準偏差の平均値に対する比率	32
义	4. 10	粘度の真値に対する算出した粘度の平均値の比率	32
义	5. 1	回転式粘度計による試料粘度の測定値(100 rpm の場合)	34
义	5. 2	測定されたアドミタンス円	35
义	5.3	径方向振動の場合の R_z の平均値と標準偏差	36
义	5.4	径方向振動の場合の $1/{\it C}_z$ の平均値と標準偏差	37
义	5.5	横効果中央部振動の場合の R_z の平均値と標準偏差	37
义	5.6	横効果中央部振動の場合の $1/C_z$ の平均値と標準偏差	37

表 目 次

径方向振動における $R_1,\ L_1,\ C_1,\ f_s,\ { m Q}$ 値	23
横効果中央部振動(136 kHz)における	
$R_1, L_1, C_1, f_s, Q 値$	24
横効果中央部振動(158 kHz)における	
$R_1, L_1, C_1, f_s, Q 値$	24
	径方向振動における R_1 , L_1 , C_1 , f_s , Q 値 横効果中央部振動(136 kHz)における R_1 , L_1 , C_1 , f_s , Q 値 横効果中央部振動(158 kHz)における R_1 , L_1 , C_1 , f_s , Q 値

表 4.1 実験で使用した粘度標準液の粘度と密度の一覧 26

第1章 序論

1.1 研究の背景

粘度は、ウスターソース類、乳酸菌飲料や練乳等の液状食品、あるいは、自動車のエンジ ンオイルのような機械油などの液体において、品質を表す重要な指標となっている^[1-4].こ れらを製造する際には、安定した品質を確保するために、日々、試料を抜き取った上で、粘 度測定が行われる.そのため、測定の省力化のために粘度計に求められる特徴として、抜き 取り検査をする際に試料の量によらず測定が可能であったり、測定後の洗浄などの器具の 取り扱いが容易であったりする粘度計、あるいは、配管の中を移送される液体を直接オンラ インで測定できる粘度計が必要とされている.

従来,粘度の測定に使用される粘度計には細管式,落球式,回転式,振動式など様々な種 類があるが,比較的簡便に測定でき,広く普及している粘度計としては,コーンプレート型 や単一円筒型の回転式粘度計,あるいは,振動式粘度計が挙げられる^{[5],[6]}.各粘度計の詳細 は後述するが,回転式や振動式といった従来の粘度計は,いずれも円筒状や薄板状などのプ ローブを測定対象となる液体に挿入して測定を行う.そのため,突起物であるプローブを液 体に挿入しなければならず,プローブが破損しやすいため取り扱いには注意を要する.した がって,粘度計の取り扱いの容易さ,あるいは,配管への粘度計の埋め込みといった観点か らは改善の余地があり,プローブが突起物とならないような測定方法が必要である.

1.2 従来の粘度計

1. 2. 1 回転式粘度計

回転式粘度計は、円筒状のプローブを測定対象となる液体に挿入し、プローブを一定の 速度または一定のトルクで回転させる^[6]. このとき、プローブは液体からずり応力を受け る. このずり応力は液体の粘度に依存するため、回転に要するトルクまたは回転速度を測 定することで液体の粘度を算出する.

取り扱いの簡単な回転式粘度計としては、単一円筒型回転式粘度計が挙げられる^[6]. こ れは円筒状のプローブを持ち、液体をビーカーなどの容器に入れて測定する. 他の回転式 粘度計と比べて構造が簡単なため取り扱いが容易であり、回転円筒に対して大きな容器を 使用するため分散質の大きな分散系の液体であっても、測定時に分散質の影響を受けにく い. 一方で、円筒型のプローブと容器壁面との距離が液体から受けるずり応力に影響する ため、正確な測定のためには 500 ml 程度の大きさの容器と液体が必要となる. 市販のも のは、プローブの大きさを変えることで測定できる粘度範囲を変えられるが、プローブを 取り換えると測定精度が異なり、測定値の連続性は保証されない. 加えて、測定精度はフ ルスケールの±1(%) 程度であるため、測定値が測定可能な最大値よりも小さくなるにつ れて測定値に対する誤差の比率が大きくなる.

また、非ニュートン性の液体の測定に適した回転式粘度計として、コーンプレート型回

転式粘度計が挙げられる^[6]. これは円錐状のプローブとその先端に設置された平板をもっており,円錐と平円板の間に液体を入れて測定する. 円錐と平円板の間の液体はどの部分でもずり速度が一定となることから,ずり速度とずり応力の関係を直接的に測定することが可能であり,非ニュートン性の液体の測定に適している. 粘度計の中では比較的少量の液体を測定可能であり,数 mL 以下の液体を測定可能であるが,一方で,円錐と平円板の隙間が小さいため,分散系の液体の場合は分散質の大きさによっては粘度を測定できない場合がある. 測定精度は市販のものでフルスケールの±1(%) 程度である.

1. 2. 2 振動式粘度計

振動式粘度計は、薄い平板状のプローブを液体に挿入して往復振動させる、あるいは、細い円筒状のプローブを液体に挿入して正転方向と逆転方向に回転振動させる^[6]. プローブは液体の粘度と密度の積の二乗根に比例したずり応力を液体から受けるため、プローブを一定の駆動力で振動させ、平板状のプローブの変位振幅や円筒状のプローブの回転振動の加速度を測定することで粘度と密度の積を算出する. 振動式粘度計の出力は、粘度と密度の積となるため、粘度を求めるには密度を別途測定する必要がある. 測定に要する液体の量は、数十 mL から十数 mL 程度であり、回転式粘度計と比べて少量の液体を測定可能であるが、平板状のプローブの厚さは 1 mm 程度のため破損しやすく、取り扱いに注意を要する. また、測定範囲については、回転式粘度計と比べてダイナミックレンジが広く、比較的低粘度から高粘度までを同一のプローブで測定可能である. 測定精度は市販のもので測定値の±3-5(%)程度であり、回転式粘度計と異なりフルスケールではなく測定値に対する精度である.

1. 2. 3 圧電振動式粘度計

市販されているものではないが、振動式粘度計の駆動部に圧電振動子を使用し、圧電振動 子の電気インピーダンスを測定し粘度を算出するための研究も行われている^[7-16]. これらに は、圧電振動子とプローブが別体であり圧電振動子の先端に針状や薄板状のプローブを取 り付けているものと、圧電振動子とプローブが一体であり圧電振動子そのものをプローブ として液体に接触させるものがある. いずれの場合も、液体に接触して振動するプローブが 液体から粘度と密度の積の二乗根に比例するずり応力を受ける. このずり応力に応じて、圧 電振動子の電気インピーダンスが変化するため、電気インピーダンスを測定して共振周波 数や等価回路の抵抗成分を求めることで粘度と密度の積を算出することができる. そのた め、密度を別途測定することで粘度を算出することができる.

Momozawa ら(2001)は、75 kHz 程度の基本共振周波数を持つ円板状の横効果圧電振動 子をプローブとして使用しており、この圧電振動子を液体中に挿入し、直径が伸縮するよう な振動モードで共振させた際に、10 - 1000 (mPa·s)のニュートン性の液体に対して抵抗成 分の変化が液体の粘度と密度の積の二乗根に比例することを報告している^[11].また、 Takarada ら(2010,2012)によると、圧電振動子に取り付けた薄板状のプローブを液体との 接触面の接線方向と法線方向にそれぞれ振動させることで、一つの測定装置で粘度と密度 の両方を測定できることが報告されている^{[13],[14]}.しかし、これらは、圧電振動子または圧 電振動子に取り付けたプローブを液体に挿入して測定しており、突起物を液体中に挿入す ることとなる.

突起物を液体中に挿入しない例としては、千葉ら(1993)による、基本共振周波数 8.9 MHz の厚みすべり振動をする水晶振動子をプローブとして使用した例がある^[10].板状の水晶振 動子の周囲をシリコン系の接着剤を用いて容器に固定し、水晶振動子の一方の面は空気に、 もう一方の面を液体に接触させて振動させており、1.3 - 48 (mPa·s)程度のニュートン性の 液体に対しては、圧電振動子の電気的等価回路の抵抗成分の変化が粘度と密度の積の二乗 根に比例しすることが報告されている.しかし、同時に、高粘度になるにつれて抵抗成分の 変化が粘度と密度の二乗根に比例せず、理論よりも小さい値となることから、圧電振動子の 駆動周波数が高い場合は液体をニュートン性とみなすことができず、粘弾性体とみなす必 要がある可能性が指摘されている.そのため、プローブが液体中に突出しない構造ではある が、高粘度の液体を測定することができないことから、液体中にプローブが突出しない構造 を持ち、かつ、広範囲な粘度測定の可能な方法が確立されているとは言い難い.

1.3 研究目的および論文構成

本研究では、粘度計の使用状況として工場などでの抜き取り検査のように測定する試料 を取り分けて測定する場合を想定した.このとき、液体中にプローブが突出せず、少量の試 料を測定可能であり、広範な粘度を測定可能な粘度計を実現することを目的とした.そのた めの粘度計として、容器底面にプローブとなる圧電振動子を埋め込んだ構造を持つ粘度計 を提案する.容器底面にプローブを埋め込んだ状態で粘度を測定するための方法として、振 動式粘度計の一種となる圧電振動子を用いる方式(圧電振動式粘度計)に着目した^[10-16].本 研究では、円板状の圧電振動子の表面が容器底面と同じ面となるように埋め込むために、容 器底面に圧電振動子と同じ大きさの穴をあけ、その穴に填め込むようにして圧電振動子の 外周を固定することとした.このとき、高粘度でも測定できるようにするために、より低い 周波数で共振させることを考え、厚みすべり振動ではなく、直径が伸縮する振動に着目した. ただし、固定による振動の阻害を小さくするためには、円板状の圧電振動子の外周部に比べ て中央部が振動するような振動モードを実現する必要があると考えた.本論文では、このよ うな、外周部に比べて中央部の変位が大きいような振動モードを持つ圧電振動子を提案す る.これを横効果中央部振動と呼称し、この振動モードを持つ圧電振動子を容器底面に埋め 込んだ粘度計を提案する.この粘度計を用いて、粘度の測定が可能か検証を行った.

本論文では、まず、第2章において、圧電振動子の電気インピーダンス測定に基づき粘度を測定する測定原理について述べる.次に、第3章では、提案する横効果中央部振動方式の

圧電振動式粘度計について、その構造を示す.そのうえで、想定した振動モードを実現可能 か、圧電振動式粘度計の測定原理を適用可能かについて検討するための有限要素法による シミュレーションについて、および、実際に作製した圧電振動式粘度計を用いた、励起され る振動モードを検討するための実験について述べる.第4章では、提案する粘度計がニュー トン性の液体の粘度を測定可能か検証するために行った実験について述べる.第5章では、 非ニュートン性の液体の粘弾性を測定することが可能かを検討するために行った実験につ いて述べる.第6章では、本論文の結論を述べる.

第2章 圧電式粘度計の測定原理

2.1 ニュートン性の液体の粘度

図 2.1 に示すように,液体に接触している平板を液体との接触面の接線方向(x 軸方向) に平行移動させると,液体中の流速には勾配が生じる^{[16],[10]}. このとき,この速度勾配を一 様にする方向に摩擦力が働き,液体の持つこのような性質が粘性である.また,単位面積あ たりに生じる摩擦応力が,ずり応力(せん断応力)と呼ばれる. 法線方向(z 軸方向)の微 小区間 Δz において液体の速度が Δv だけ変化したとすると,ニュートン性の液体の場合 Δz の区間に働くずり応力 τ_n は速度勾配に比例し,

$$\tau_{\eta} = \eta \frac{\Delta \nu}{\Delta z} , \qquad (2.1)$$

となり, $\Delta z \rightarrow 0$ の極限においては,

$$\tau_{\eta} = \eta \, \frac{\partial v}{\partial z} \,, \tag{2.2}$$

となる.式 (2.2) はニュートンの粘性法則の方程式であり、比例定数 η が粘度となる.



Flat plate

図 2.1 液体中の流速とずり応力

2.2 圧電振動子を用いた粘度測定原理

2.2.1 液体の粘性により圧電振動子に作用する力

粘性のある液体に接触して正弦波振動する平板状の圧電振動子が液体から受ける力に ついて、Woodward (1951), Kanazawa ら (1985), Muramatsu ら (1988) によると、次のよ うに報告されている^{[18], [7], [8]}. まず、図 2.1 と同様に、平板状の圧電振動子の片面が液体に 接触している場合を考える. 圧電振動子と液体の接触面を x - y 平面とし、法線方向を z軸とする. ここでは、圧電振動子は、x 軸方向に正弦波振動を行い、液体に乱流は生じない と仮定する. 液体との接触面における振動速度 V を、

$$V = V_0 \cos(\omega t)$$
 ,

(2.3)

とする.ここで、 V_0 は振動速度の最大振幅、 ω は角周波数であり、t は時間である.

次に,液体におけるずり応力と速度勾配の関係,および,液体の運動方程式を考える.式 (2.2) で表されるニュートンの粘性法則の方程式より,ずり応力と速度勾配の関係は,

$$\tau_{\eta}(z,t) = \eta \frac{\partial v_x(z,t)}{\partial z} , \qquad (2.4)$$

と表される. ここで、 η は液体の粘度、 ρ は液体の密度、 $v_x(z,t)$ は液体と圧電振動子の接触面から距離 z の位置における液体の x 軸方向の振動速度である. また、ずり応力を受ける面積を A とすると、液体の運動方程式は、

$$\tau_{\eta}(z,t)A = \rho A dz \frac{\partial v_x(z,t)}{\partial t} , \qquad (2.5)$$

と表される. よって, 式 (2.4) および 式 (2.5) より,

$$\frac{\partial^2 v_x(z,t)}{\partial z^2} = \left(\frac{\rho}{\eta}\right) \frac{\partial v_x(z,t)}{\partial t} , \qquad (2.6)$$

となる.この式の解について、圧電振動子と液体の接触面において圧電振動子と液体の粘度 が一致すること、即ち、 $v_x(0,t) = V$ を仮定すると、

$$v_{x}(z,t) = V_{0} \cos\left(\omega t - \sqrt{\frac{\omega\rho}{2\eta}}z\right) \exp\left(-\sqrt{\frac{\omega\rho}{2\eta}}z\right), \qquad (2.7)$$

が得られる.

次に, 圧電振動子と液体の接触面に作用する力について考える. 式 (2.7) を式 (2.4) に代入すると,

$$\tau_{\eta}(z,t) = \eta \left[\sqrt{\frac{\omega\rho}{2\eta}} V_0 \sin\left(\omega t - \sqrt{\frac{\omega\rho}{2\eta}} z\right) \exp\left(-\sqrt{\frac{\omega\rho}{2\eta}} z\right) + \left\{ -\sqrt{\frac{\omega\rho}{2\eta}} V_0 \cos\left(\omega t - \sqrt{\frac{\omega\rho}{2\eta}} z\right) \exp\left(-\sqrt{\frac{\omega\rho}{2\eta}} z\right) \right\} \right],$$
(2.8)

が得られる. そして, z=0 のとき, 式 (2.8) は,

$$\tau_{\eta}(0,t) = -\sqrt{\frac{\omega\rho\eta}{2}} V_0 \{\cos(\omega t) - \sin(\omega t)\}, \qquad (2.9)$$

$$\varepsilon \not\approx \vartheta, \quad \varepsilon \not\approx \vartheta,$$

$$au_\eta(0,t) = -\sqrt{rac{\omega
ho\eta}{2}}V_0\cos\left(\omega t - rac{\omega}{4}
ight)$$
 ,

が得られる. ずり応力を受ける面積が A であるので, 圧電振動子が受ける力を F_{η} とする と,

(2.10)

$$F_{\eta} = -A \sqrt{\frac{\omega \rho \eta}{2}} V_0 \cos\left(\omega t - \frac{\omega}{4}\right),$$
(2.11)
と表すことができる.

2.2.2 圧電振動子の電気的等価回路と液体の作用力の関係

次に, 圧電振動子の電気的等価回路と力学モデルについて説明する^{[8],[9],[19-21]}. 圧電振動子 に単一の振動モードが励起される場合, 励起される振動モードの共振周波数近傍における 電気的等価回路は図 2.2 (a) のように表される. ここで, C_d は圧電振動子の誘電率と電極寸 法から決まる容量成分であり, L_a , C_a , R_a は圧電振動子の機械的振動を表す成分である. L_a , C_a , R_a による直列回路の部分は, 力学モデルで表すと, 図 2.2(b) のように表される. 図 2.2(a) の L_a , C_a , R_a 直列回路の部分は,

$$E = L_a \frac{d^2 Q}{dt^2} + R_a \frac{dQ}{dt} + \frac{1}{C_a} Q , \qquad (2.12)$$

となり、図 2.2(b) は,

$$F_{e} = m_{e} \frac{d^{2}U}{dt^{2}} + b_{e} \frac{dU}{dt} + k_{e}U , \qquad (2.13)$$

となる.ここで、 m_e 、 b_e 、 k_e は、それぞれ、質量、減衰係数、ばね定数に相当する係数であり、電気系と機械系の変換係数をKとして、

$$L_a = Km_e \quad , \tag{2.14}$$

$$R_a = K b_e , \qquad (2.15)$$

$$C_a = K \frac{1}{k_e} , \qquad (2.16)$$

と表される.そして,式 (2.12) に,液体の粘性によって圧電振動子に作用する力 F_{η} を加 えると,

$$F_e + F_\eta = m_e \frac{d^2 U}{dt^2} + b_e \frac{dU}{dt} + k_e U , \qquad (2.17)$$

となる. ここで, V = dU/dt となるので, Eq. 2.3, Eq. 2.10 を Eq. 2.16 に代入して,

$$F_e - A_v \sqrt{\frac{\omega \rho \eta}{2}} V_0 \cos\left(\omega t - \frac{\omega}{4}\right) = -\omega m_e V_0 \sin(\omega t) + b_e V_0 \cos(\omega t) + k_e U , \qquad (2.18)$$

となる. これを式変形して,

$$F_e = \left(m_e + A \sqrt{\frac{\rho\eta}{2\omega}}\right) \frac{d^2 U}{dt^2} + \left(b_e + A \sqrt{\frac{\omega\rho\eta}{2}}\right) \frac{dU}{dt} + k_e U , \qquad (2.19)$$

$$L_{\eta} = KA \sqrt{\frac{\rho\eta}{2\omega}} , \qquad (2.20)$$

$$R_{\eta} = KA \sqrt{\frac{\omega \rho \eta}{2}} , \qquad (2.21)$$

$$E = (L_a + L_\eta) \frac{d^2 Q}{dt^2} + (R_a + R_\eta) \frac{dQ}{dt} + \frac{1}{C_a} Q , \qquad (2.22)$$

と表すことができる.したがって,圧電振動子が液体の粘性による作用力を受ける場合の電気等価回路と力学モデルは,図2.3のように表わされる.



図 2.2 圧電振動子の電気的等価回路および力学モデル (a)電気的等価回路,(b)力学的モデル



図 2.3 圧電振動子が液体の粘性による作用力を受ける場合の電気的等価回路および力 学モデル (a)電気的等価回路, (b)力学的モデル

2.2.3 圧電振動子の電気インピーダンス測定に基づく液体の粘度の算出

ここで、合成抵抗 $R_z = R_a + R_\eta$ 、合成インダクタンス $L_z = L_a + L_\eta$ とすると、図2.3(a) に示した等価回路のアドミタンス Y は、

$$Y = \frac{1}{R_z + j\omega L_z + (j\omega C_1)^{-1}} + j\omega C_d ,$$
と表される. 直列共振周波数 f_s においては,
 $j\omega_s L_z + (j\omega_s C_1)^{-1} = 0$
(2.24)

が成り立つ.ここで、 $\omega_s = 2\pi f_s$ である.よって、直列共振周波数におけるアドミタンス Y_s は、

$$Y_s = \frac{1}{R_z} + j\omega_s C_d \tag{2.25}$$

となる. したがって, 直列共振周波数において圧電振動子の電気インピーダンス測定により Y_s を測定し, その実部の逆数を求めることで $R_z(=R_a+R_\eta)$ を得ることができる. そして, 圧電振動子が液体に接触していない場合, 即ち, 空気に接触している場合には $R_\eta = 0$ となるので このとき Y_s の測定により R_a が得られる. これにより, 任意の粘度における Y_s の測定値から R_η を算出できる.

ここで、Eq. 2.21 について、K、A は圧電振動子の材質や寸法などによって決まる定数で あり、 ω_s は測定周波数のためいずれも測定可能である.したがって、圧電振動子の電気イ ンピーダンス測定により $(\rho\eta)^{1/2}$ を得ることができ、液体の密度が既知の場合に、液体の 粘度 η を算出できる.

2.3 非ニュートン性の液体の粘弾性

非ニュートン性の液体は、粘性体としての性質だけでなく弾性体としての性質も持ち合わせており、このような粘性と弾性の両方の性質を持ち合わせる物体を粘弾性体と呼ぶ^[22-24]. この粘弾性には、固体的粘弾性と液体的粘弾性がある. 固体的粘弾性体は流動による変形に限界があり形を保つ性質をもつものであり、液体的粘弾性体は見かけ上は固体であっても形を保持する能力を持たないものとされている. ただし、粘弾性体の流動の挙動は、観察時間にも依存し、短時間の観測では固体的な挙動を示すものが、長時間の観測では液体的な挙動を示すものが、長時間の観測では液体的な挙動を示すような、バネとダッシュポットを並列に組み合わせたケルビン・フォークトモデルや、図 2.4(b) に示すような、バネとダッシュポットを直列に組み合わせたマクスウェルモデルがあり、ケルビン・フォークトモデルは固体的粘弾性体を表すのに用いられる^[22-27].

2. 4 圧電振動子を用いた粘弾性測定原理

2. 4. 1 粘弾性体の機械的モデルと電気的等価回路

ここでは、第3章以降で使用した圧電振動子の直列共振周波数が160 kHz 程度であることから、粘弾性体に加わる応力が短時間に変化すると考え、固体的粘弾性体を表すケルビン・フォークトモデルを用いることとする.このとき、圧電振動子が粘弾性体による作用力を受ける場合の力学モデルは図2.5(b)のように表され、ケルビン・フォークトモデルにおける質量、減衰係数、ばね定数に相当する係数をそれぞれ m'、b'、k' とすると、

$$F_e = (m_e + m')\frac{d^2U}{dt^2} + (b_e + b')\frac{dU}{dt} + (k_e + k')U , \qquad (2.26)$$

となる. このとき, 電気的等価回路は図 2.5(a)のように表される. ここで, L', R', C' は電 気系と機械系の変換係数 K を用いて,

$$L' = Km' , \qquad (2.27)$$

$$R' = Kb' , \qquad (2.28)$$

$$C' = K \frac{1}{k'} , \qquad (2.29)$$

と表される.この電気的等価回路より,

$$E = (L_a + L')\frac{d^2Q}{dt^2} + (R_a + R')\frac{dQ}{dt} + \left(\frac{1}{C_a} + \frac{1}{C'}\right)Q , \qquad (2.30)$$

となる.



図 2.4 粘弾性体の力学モデル

(a)ケルビン・フォークトモデル, (b)マクスウェルモデル



図 2.5 圧電振動子がケルビン・フォークトモデルで表される粘弾性体からの作用力を受ける場合の電気的等価回路および力学モデル (a)電気的等価回路, (b)力学モデル

2. 4. 2 圧電振動子の電気インピーダンス測定に基づく係数の算出

ここで、合成抵抗 R_z 合成インダクタンス L_z 、合成キャパシタンス C_Z とし、 $R_z = R_a + R'$ 、 $L_z = L_a + L'$ 、 $1/C_Z = (1/C_a) + (1/C')$ とすると、図 2.5(a)に示した等価回路のアドミタンス Y は、

$$Y = \frac{1}{R_z + j\omega L_z + (j\omega C_z)^{-1}} + j\omega C_d , \qquad (2.31)$$

となる. 直列共振周波数 f_s においては,

$$j\omega_s L_z + (j\omega_s C_z)^{-1} = 0$$
 (2.32)
が成り立つ. よって, 直列共振周波数におけるアドミタンス Y_s は,

$$Y_s = \frac{1}{R_z} + j\omega_s C_d \tag{2.33}$$

となる. したがって,本章第 2 節で示したのと同様に, Y_s の実部より R_z を算出できる. また, C_Z を 算出するために,まず Q 値を求める. RLC直列共振回路においては,Q 値を Q とすると, $L = (Q \times R)/(2\pi f_s)$, $C = 1/(Q \times 2\pi f_s \times R)$ となる.Q値は,直列共振周波数 f_s を半値幅 (コンダクタンスが半分の値となるときの周波数の幅)で除算したものであり, コンダクタンスが半分の値となる周波数を f_1 , f_2 として, $Q = f_s/|f_1 - f_2|$ となる.したが って,直列共振周波数近傍において f_1 , f_2 を測定することでQ値を求めれば,Q値, R_z , f_s より L_z , C_z が得られる.そして,圧電振動子が粘弾性体に接触していない状態,即ち 空気に接している状態での測定により, L_a , C_a が得られるため,L',C'を算出できる.以 上より,圧電振動子の電気インピーダンス測定によって R' C'が得られるので,粘弾性体 をケルビン・フォークトモデルと見做したときの減衰係数 b',ばね定数 k' を算出できる.

2.5 むすび

第2章では、圧電振動子の電気インピーダンス測定に基づき粘度を計測する原理につい て、対象をニュートン性の液体と非ニュートン性の液体に分けてそれぞれ説明した.ニュ ートン性の液体では、圧電振動子を液体に接触した平板とみなし、接触面の接線方向に正 弦波振動する場合における液体からの作用力を示した.そして、圧電振動子が液体の粘性 に基づく作用力を受ける場合における圧電振動子の力学モデルと電気的等価回路モデルの 対応を示し、圧電電振動子の電気インピーダンス測定に基づく等価回路解析によって粘度 を算出できることを説明した.非ニュートン性の液体では、液体を粘弾性体とみなした.こ れをケルビン・フォークトモデルで表せるものとして、圧電振動子が粘弾性体から作用力 を受ける場合における力学モデルと電気的等価回路モデルの対応を示し、電気インピーダ ンス測定により減衰係数とばね定数に相当する係数を算出できることを説明した. 第3章 横効果中央部振動方式を用いる圧電振動式粘度計

3.1 横効果中央部振動方式の概要

本論文で提案する横効果中央部振動方式の圧電振動式粘度計の概形を図 3.1 に示す^[16]. こ の圧電振動式粘度計は,容器の底面に円板状の圧電振動子が埋め込まれた形態を有してお り,圧電振動子の片面が液体,もう一方の面が空気と接する.圧電振動子は厚み方向に分極 されており,表面に取り付けられた電極に交流電圧を印加することで,振動するようになっ ている.また,圧電振動子の外周部は容器に拘束されている.圧電振動子を埋め込んだ箇所 は平面となるが,容器のその他の面は形状に対する制約はない.

第2章で示した測定原理から、圧電振動子の液体との接触面は接線方向に振動するよう な振動モードが望ましいが、圧電振動子の外周部が固定されることから、径方向振動(図3.2 のように、表裏両面に電極があり中心 O から円周部に向かって電極面と水平方向に拡大縮 小し、円周部が最も大きく半径の方向に往復運動する振動)のような外周部の変位が最大と なる振動モードでは、外周部の固定による影響が大きいと考えられる.そのため、振動子の 外周部の変位が小さく、かつ、中央部の変位が大きくなるような振動モードを励起できる電 極配置を検討する必要がある.









図 3.2 径方向振動の電極配置と振動モード

そこで,提案手法では図 3.3(a) に示されるような電極配置を考案した.この電極は円板 の両面に計 2 対取り付けられており,図中の ACD 側の電極と BCD 側の電極には,互い に逆位相の交流電圧を印加する.これにより,圧電横効果によって,図 3.3(b)の(i)のよ うに,ACD 側が電極面と水平方向に拡大するときは BCD 側が縮小する.このとき,ACD 側と BCD 側の変位について,CD 方向の変位は互いに逆向きとなり打ち消しあうが,AB 方向の変位は線分 CD 上ではどちらも B の方向で一致する.そのため,この圧電振動子は, CD 方向の変位は打ち消しあい,AB 方向の変位は線分 CD 上で強め合うため,図 3.3(c)の ように線分 CD 付近が最も大きく AB 方向に往復運動することができると考えた.本論文 では,これを「横効果中央部振動」と呼称する.これにより,圧電振動子の外周部が拘束さ れていても、中央部に大きな振幅の振動を励起することができるため,外周部を拘束しての 粘度測定に適していると考えられる.





図 3.3 横効果中央部振動の電極配置と振動モード

3. 2 シミュレーションによる振動モードの解析

3.2.1 シミュレーションの設定

第2章で述べた測定原理は、圧電振動子が面内振動することを前提としている.そのため、提案する電極配置を用いて横効果中央部振動が実現でき、かつ、面内振動が実現できるか検証するため、有限要素法を用いたシミュレーションにより振動モードの解析を行った.振動モードの解析には、市販の有限要素法による物理シミュレーションソフトウェア

(COMSOL Multiphysics, COMSOL AB)を使用した. 圧電振動子の寸法は直径 28 mm, 厚み 2 mm, 分極軸は厚み方向,材質は圧電セラミックス(C-21,富士セラミックス)とし,円周 部は拘束されないものとした. モデルのフィジックスは「圧電デバイス」,メッシュはフィ ジックス設定に応じた自動メッシュ生成としてメッシュサイズは「普通」を設定し,周波数 応答の解析を行った^[16].また,液体の粘性によるずり応力の検出感度を検討するために,前 述の設定に加えて,粘性によるずり応力として式 (2.8) に基づく応力が圧電振動子の片側 の表面に作用するように設定した場合についても周波数応答の解析を行った.

3. 2. 2 シミュレーション結果および考察

粘性によるずり応力を設定しない場合については,径方向振動の電極配置の場合,および, 横効果中央部振動の電極配置の場合において,周波数応答の解析を行った結果,図3.4 のよ うなコンダクタンスが得られた. コンダクタンスがピークとなる位置が直列共振周波数の ため,径方向振動の電極配置では 79 kHz,横効果中央部振動の電極配置では 63,137,158 kHz が直列共振周波数であった. このとき,それぞれの直列共振周波数で励起された振動 モードを図3.5 に示す.図3.5 は,圧電振動子表面における x-y 平面方向の変位を表してお り,各周波数における変位の最大値で正規化されている.図3.5 より,径方向振動の電極配 置では,79 kHz の振動モードにおいて円周部の変位が最大となる.また,横効果中央部振 動の電極配置では,63 kHz の振動モードにおいては円周部の点 C,D付近における変位が 最大のため横効果中央部振動ではない.一方で,137 kHz および158 kHz の振動モードに おいては線分 CD 上の変位が最も大きく,円周部の変位はその半分程度のため,横効果中 央部振動が励起されている.そして,z軸の変位の最大値は x 軸方向,y 軸方向の変位の最 大値と比べて137 kHz のときに約0.1 倍,158 kHz のときに約0.04 倍となったため,横 効果中央部振動では主に面内振動が励起されると考えられる.

また,粘性によるずり応力が作用する場合について,79 kHz の径方向振動の場合,および,137 kHz,158 kHz の横効果中央部振動の場合において,粘度を変えた際のコンダクタンスの変化を図 3.6,3.7,3.8 に示す. 各図 (a) はコンダクタンスを示しており,(b) はコンダクタンスの最大値から算出した R_z の値を示している.いずれの振動モードにおいても,粘度の増加に伴いコンダクタンスのピーク値は減少しており, R_z は $(\rho\eta)^{1/2}$ に応じて直線的に増加しており,これは測定原理から考えられる R_z の変化の傾向と一致する.

以上の解析結果から,径方向振動では円周部の変位が最大となる一方で,横効果中央部振動の電極配置を用いることで円周部に比べて中央部に大きな振動を励起することができており,このとき概ね面内振動が励起されるため,第2章で述べた測定原理を適用できると考えられる.



図 3.4 シミュレーションにより得られたコンダクタンス



図 3.5 シミュレーションにより得られた振動モード



図 3.6 粘度によるコンダクタンスの変化および R_z (径方向振動)



図 3.7 粘度によるコンダクタンスの変化および R_z (横効果中央部振動 137kHz)



図 3.8 粘度によるコンダクタンスの変化および R_z (横効果中央部振動 158kHz)

3.3 作製した圧電振動式粘度計の電気インピーダンス測定

3.3.1 作製した圧電振動式粘度計と実験系の構成

実際に使用する圧電振動子を用いた場合においても、シミュレーションで確認した振動 モードが励起されるか検証するために、圧電振動子を容器底面に埋め込んだ圧電振動式粘 度計を作製し、電気インピーダンスの測定を行った.作製した圧電振動式粘度計と実験系を 図3.9に示す.図3.9(a)は作製した粘度計と実験系の構成を示しており、図3.9(b)は各電極 に印加した電圧の位相と励起される振動モードの組み合わせを示す.図3.9(a)に示すよう に円板状の圧電振動子を直方体の容器の底面に埋め込んだ粘度計を試作し、容器内が空の 状態、即ち、圧電振動子の容器内側・外側の両面が空気に接する状態で圧電振動子の電気イ ンピーダンス測定を行った.使用した圧電振動子は市販の円板状のものであり、寸法は直径 28 mm、厚さ 2 mm の円板状、材質は圧電セラミックス(C-21,富士セラミックス)、表裏両 面にあらかじめ電極がつけられているものを使用した.この圧電振動子の円周部分をシリ コーンの接着剤(バスボンドQ、コニシ株式会社)を用いて容器に固定した.接着部分から の液体の滲出を防ぐためにポリビニル系樹脂の絶縁塗料(ハヤコートMark2,サンハヤト) を塗布した.電気インピーダンスの測定には、インピーダンスアナライザ(HP4194A, HEWLETT PACKARD)を使用し、測定する周波数は、50 - 200 (kHz)とした.電気インピー ダンスの測定は、圧電振動子を容器底面に埋め込む前と埋め込んだ状態の両方で行った^[16].







3.3.2 実験結果および考察

圧電振動子を容器に埋め込む前におけるコンダクタンスの測定結果を図3.10に示す. 径方 向振動の電極配置では79 kHz, 横効果中央部振動の電極配置では63, 136, 158 kHz において コンダクタンスのピークが見られた. 次に, 圧電振動子を容器底面に埋め込んだ状態におけ る測定結果を図3.11に示す. 径方向振動の電極配置では80 kHz, 横効果中央部振動の電極配 置では63, 136, 158 kHz においてコンダクタンスのピークが見られた. これらの結果につい て, コンダクタンスがピークとなる周波数は,本章第2節で示したシミュレーションの結果 とおおむね一致しており, 圧電振動子を容器底面に埋め込んだ状態においても, 80 kHz 付 近を直列共振周波数として径方向振動が励起され, 136, 158 (kHz) 付近を直列共振周波数と して横効果中央部振動が励起されると考えられる.



図3.10 圧電振動子を容器に埋め込む前の空気中におけるアドミタンス



図3.11 圧電振動子を容器底面に埋め込んだ状態での空気中におけるアドミタンス

また、それぞれの振動モードの直列共振周波数付近におけるアドミタンス円を図3.12 に 示す.図3.12(a)の径方向振動の場合、および、図3.12(c)158 kHz の横効果中央部振動の場 合は、アドミタンス円が真円を描いているが、図3.12(b)に示す136 kHz の横効果中央部振 動の場合は、大きな円と小さな円が重なった形状をしている.このことから、径方向振動お よび 158 kHz の横効果中央部振動では、共振周波数付近において単一の振動モードが励起 されているが、136 kHz の横効果中央部振動では、共振周波数付近に複数の振動モードが存 在すると考えられる.第2章の測定原理では、単一の振動モードが励起される場合の電気的 等価回路を用いているので、136 kHz の横効果中央部振動では、第2章で示した電気的等価 回路を利用することができない.



図3.12 各振動モードにおける圧電振動子を容器に埋め込む前後のアドミタンス円

径方向振動および横効果中央部振動について,圧電振動子を容器底面に埋め込む前,および,埋め込んだ状態における等価回路成分 (R_1 , L_1 , C_1),直列共振周波数 f_s ,Q 値を算出した結果を表 3.1,3.2,3.3 に示す.埋め込む前と埋め込んだ状態とを比較すると, f_s は径方向振動では +0.7%,横効果中央部振動では -0.1% であり,いずれもほとんど変化していない. R_1 の値は径方向振動と横効果中央部振動(158 kHz)では同程度であったが,横効果中央部振動(136 kHz)では他の振動モードの5割から6割程度の値となった.Q値は,横効果中央部振動(136 kHz)が最も大きく,埋め込み前のとき径方向振動の7.0倍,横効果中央部振動(136 kHz)の2.4倍であり,埋め込んだ状態では径方向振動の6.8倍,横効果中央部振動(136 kHz)の4.8倍となった.同じ振動モードにおける埋め込んだ状態でのQ値は,径方向振動と構効果中御部振動(158 kHz)では埋め込み前の 30% 程度の大きさであり 横効果

振動と横効果中御部振動(158 kHz)では埋め込み前の 30% 程度の大きさであり,横効果 中央部振動(136 kHz)では14% 程度の大きさとなった.

圧電振動子を埋め込む前と埋め込んだ状態を比較すると R₁の値が増加し,Q 値は減少 しているため,圧電振動子の外周を固定することで振動が減衰すると考えられる.一方で, 埋め込み前の値に対する比率は,径方向振動と158 kHz の横効果中央部振動で同程度であ り,横効果中央部振動が径方向振動に比べて振動が阻害されにくい傾向は見られなかった. これは,今回使用したシリコーンの接着剤のような硬化後も柔らかい接着剤で固定したこ とが寄与し,圧電振動子の円周部の変形が阻害されにくくなった可能性がある.また,Q値 は,機械振動系における損失するエネルギーに対する蓄積しているエネルギーの比率を表 しており,Q値が大きいとエネルギーの損失が少なく,共振周波数が変動しにくい^[28-30].横 効果中央部振動について,136 kHz の場合と 158 kHz の場合のQ値を比較すると,158 kHz のQ値が大きく,かつ,容器に埋め込んだ際の減少率が小さいため,固定による影響を受け にくいと考えられる.

	AX 5.1					
		容器底面に	容器底面に	埋め込む前の値に対		
		埋め込む前	埋め込んだ状態	する比率 [%]		
$R_1 \ [\Omega]$		16.3	55.9	344.0		
L_1 [mH]		5.00	5.04	100.9		
C_1 [pF]		807	789	97.7		
f_s [kHz]		79.2	79.8	100.7		
Q 值 [-]		153	45	29.5		

表 3.1 径方向振動における R₁, L₁, C₁, f_s, Q 値

÷ • - ·		, , <u> </u>	1, 73, C -
	容器底面に	容器底面に	埋め込む前の値に対
_	埋め込む前	埋め込んだ状態	する比率 [%]
$R_1 \ [\Omega]$	9.0	36.3	403.4
L_1 [mH]	4.77	2.67	56.0
C_1 [pF]	285	510	179.0
f_s [kHz]	136.4	136.3	99.9
Q 值 [-]	455	63	13.9

表 3.2 横効果中央部振動(136 kHz)における R₁, L₁, C₁, f_s, Q 値

表 3.3 横効果中央部振動(158 kHz)における R₁, L₁, C₁, f_s, Q 値

	容器底面に	容器底面に	埋め込む前の値に対
	埋め込む前	埋め込んだ状態	する比率 [%]
$R_1 \ [\Omega]$	19.0	65.2	342.1
L_1 [mH]	20.6	19.9	97.0
C_1 [pF]	49.2	5.08	103.2
f_s [kHz]	158.3	158.1	99.9
Q 值 [-]	1073	304	28.3

3. 4 むすび

第3章では、提案する圧電式粘度計の形状を示し、これを実現するための圧電振動子の 振動モードとして横効果中央部振動を提案した.そして、この振動モードを実現可能か検 討するために、有限要素法によるシミュレーションを行い、圧電振動子の振動モードや直 列共振周波数について検証した.その結果、提案する圧電振動子の電極配置で横効果中央 部振動を実現でき、加えて、横効果中央部振動は概ね面内振動するため測定原理を適用で きる見込みを得た.また、実際に圧電振動式粘度計を作製し、電気インピーダンス測定を 行ったところ、圧電振動子を容器底面に埋め込む前においても埋め込んだ状態においても シミュレーションと同様の直列共振周波数 136,158 (kHz) が得られた.そのため、作製し た圧電振動式粘度計においても横効果中央部振動の振動モードが励起されると考えられ る.また、158 kHz の振動モードは共振周波数付近においてアドミタンス円が真円を描く ことから単一の振動モードが励起されると考えられる.一方で、136 kHz の振動モードで は、アドミタンス円が大きな円と小さな円が重なったような形状であることから複数の振 動モードが励起されると考えられる.測定原理では単一の振動モードの場合の電気的等価 回路を仮定しているので、以降の実験では 横効果中央部振動では 158 kHz の振動モード を用いることとした. 第4章 ニュートン性の液体に対する粘度測定実験

4.1 実験系の構成および測定方法

実験に使用した圧電振動式粘度計は、第3章において使用したものと同じものであり、実 験系の構成も図3.6と同様である. この実験系を用いて, 圧電振動子の振動方式が径方向振 動方式の場合と横効果中央部振動方式の場合において, $(
ho\eta)^{1/2}$ と R_s の関係の検証,およ び,横効果中央部振動方式を用いて粘度を算出した際の測定精度の検証を行った.

試料には,粘度計の校正に使用される粘度標準液を使用した.この粘度標準液は, Brookfield 社製のシリコーンオイルである. 使用した粘度標準液の粘度と密度の一覧を表 4.1 に示す. 容器に試料を入れ, 圧電振動子の容器内側の面が試料に接し, 容器外側の面が 空気に接した状態で電気インピーダンスの測定を行った.電気インピーダンスの測定周波 数は,径方向振動と横効果中央部振動のそれぞれにおいて第3章で確認した直列共振周波数 近傍とし,径方向振動では80 kHz 付近,横効果中央部振動では158 kHz 付近とした.

	表4.1	実験で使	用した粘度	支標準液の	り粘度と箸	医の一覧	Ĺ	
粘度	4 7	0.1	10 0	07.1	179	0.95	4070	19400
[mPa·s]	4.7	9.1	40.0	97.1	470	900	4970	12400
密度	0.02	0.94	0.96	0.97	0.97	0.97	0.97	0.97
$[imes 10^3 \mathrm{kg/m^3}]$	0.32	0.94	0.90	0.31	0.31	0.31	0.91	0.97

4.2 実験結果および考察

4.2.1 アドミタンス円の形状

各粘度の試料について試料を容器に入れ、測定することを3回行った.測定時の試料温度 は 27.0±0.5(℃) であった. 測定したアドミタンスを図4.1, 4.2 にアドミタンス円として示 す.図4.1 は径方向振動の場合,図4.2 は横効果中央部振動の場合のアドミタンス円であり, 試料の量が (a) 10 mL, (b) 20 mL, (c) 30 mL, (d) 40 mL の場合の各粘度におけるアドミタンス の平均値からアドミタンス円を描いている. Air の円は, 容器に試料を入れていない状態, 即ち, 圧電振動子の容器内側の面が空気と接している場合の測定値であり, 径方向振動, 横 効果中央部振動それぞれにおいて, (a)(b)(c)(d)のいずれも同じ測定値を用いている. 圧電振 動子が空気に接している場合は, 径方向振動, 横効果中央部振動のいずれもアドミタンス円 が真円に近い形状をしている.しかし,試料に接している場合は,径方向振動では,アドミ タンス円が歪んでいる.一方で、横効果中央部振動では、試料に接している場合もアドミタ ンス円が真円に近い形状をしている.また、横効果中央部振動では、20 mL の場合を除い て,粘度が小さいものほどアドミタンス円の直径が大きい.

アドミタンス円が真円に近い場合は単独の振動モードが励起されており,第2章で示した 圧電振動子の電気的等価回路を適用できると考えられるが、歪んでいる場合や複数の円が 生じている場合は複数の振動モードが励起されているため、等価回路を適用できないと考



図4.1 径方向振動の場合のアドミタンス円 (a) 10 mL, (b) 20 mL, (c) 30 mL (d) 40 mL の場合



図4.2 横効果中央部振動の場合のアドミタンス円 (a) 10 mL, (b) 20 mL, (c) 30 mL (d) 40 mL の場合

えられる. 径方向振動では, アドミタンス円が歪んでいるため, 液体の負荷により径方向振動の振動モードだけでなく同時に別の振動モードが励起されている可能性があり, 第2章 で示した等価回路は適用できないと考えられる. 一方で, 横効果中央部振動ではアドミタン ス円が真円に近い形状のため, 横効果中央部振動の振動モードのみが励起されており, 等価 回路が適用できると考えられる. このことから, 横効果中央部振動は液体に接触している状態において, 図2.3で示した等価回路を用いて解析が行えると考えられる.

4.2.2 $(\rho\eta)^{1/2}$ と R_z の関係

次に、コンダクタンスの最大値の逆数を計算して求めた R_z の値を図4.3,4.4 に示す. 径 方向振動の場合を図4.3に示し、横効果中央部振動の場合を図4.4 に示す. 径方向振動の場合, 20 mL のときのみ $(\rho\eta)^{1/2}$ の増加に伴い R_z が直線的に増加した. 10,30,40 mL のときは このような傾向は見られなかった. 一方で、横効果中央部振動の場合は、10,30,40 mL のと き、 $(\rho\eta)^{1/2}$ の増加に伴い R_z が直線的に増加する傾向が見られた. このとき、 R_z は試料 の量によらず同程度の値となった.

式 (2.21) より, R_z は $(\rho\eta)^{1/2}$ の増加に伴って直線的に増加すると考えられるが, 径方 向振動では,このような傾向は見られない.これは,アドミタンス円の形状から別の振動モ ードが同時に励起されていると考えられるので,この影響により, $(\rho\eta)^{1/2}$ の増加に伴い R_z が増加する傾向が見られないものと思われる.

また, 横効果中央部振動振動について, 10, 30, 40 mL のときは, 式 (2.21) が示すように, $(
ho\eta)^{1/2}$ の増加に伴い R_z が直線的に増加する傾向がみられたため、粘度計測が可能である と考えられる. しかし, 20 mL のときにはこのような傾向が見られなかった. シリコーンオ イルの粘度は1℃につき3%程度変化する可能性があるが、本実験中の液音は27.0±0.5(℃)で あるため、温度による試料粘度の変化によって R_z に誤差が生じたとは考えにくい^[31]. そ のため、この原因として液面からの反射波の影響について検討した. 第3章のシミュレーシ ョン結果では、圧電振動子の変位は概ね接線方向であるが、法線方向の変位も生じている. そのため、液体中を伝わる振動は、粘性によって伝わる振動だけでなく縦波も存在すると思 われる.これらについて,まず,粘性によって伝わる振動の速度振幅を,式(2.7)に基づい て計算した結果を,図4.5に示す.縦軸の速度振幅は圧電振動子の速度振幅によって正規化 したものであり、横軸が圧電振動子からの距離である. 実験における圧電振動子から液面ま での距離は 10 mL のとき 5.95 mm のため,図4.5より粘性によって液体中を伝わる速度の 振幅は液面までの距離に比べて十分短い距離で減衰すると考えられる. そのため, 粘性によ って伝わる振動が液面で反射し圧電振動子の振動に影響することは考えにくい.一方で,縦 波を考えると,シリコーンオイルの縦波音速は 900-1000 (m/s) 程度であり,粘度が大きい ほど音速も大きい^[31]. この音速から, 158 kHz の時の波長は, 5.7-6.3 (mm) となる. 実験に おける圧電振動子から液面までの距離は、10,20,30,40 (mL) のとき 5.95,11.55,17.00,22.60 (mm)のため、液面までの往復の距離が波長の偶数倍と同程度である.加えて、液面での反 射により位相が半周期ずれるため、液面からの反射波は、液面までの往復距離と液面での反射により、位相が半周期ずれたものとなる^[32]. したがって、反射波により圧電振動子に働く力は、圧電振動子への印加電圧により生じる力と逆位相となり、電気インピーダンスが増加すると考えられる. したがって、20 mL の 97.1 478 (m・Pas) のときは、液体の音速と液面までの距離の関係が、位相が半周期ずれる状態になった可能性がある. そのため、提案する横効果中央部振動では、液面での反射の影響を受ける可能性がある. しかしながら、本実験系においては、液量が 10,30,40 mL の場合は式 (2.21) が示すように、($\rho\eta$)^{1/2} の増加に伴い R_z が直線的に増加する傾向がみられたため、粘度計測が可能であると考えられる.



図 4.3 径方向振動の場合のR₂

破線:各量の測定結果に基づく回帰直線.実線:試料を入れない場合の測定値の平均値.



図 4.4 横効果中央部振動の場合のRz

破線:各量の測定結果に基づく回帰直線.実線:試料を入れない場合の測定値の平均値.



図 4.5 粘性によって伝わる振動の速度振幅

4.2.3 粘度測定精度の検証

横効果中央部振動を用いて,粘度 4.7,97.1,985 (mPa・s), 10 mL の粘度標準液に対して15 回の測定を行った.測定は肉眼で気泡が確認できなくなってから行い,測定時の試料温度は 26.2±0.2 (℃) であった. 測定の結果,得られた R_z を図4.6 に示す. 図中のマーカーが平 均値, エラーバーが標準偏差, 破線が測定値から求めた回帰直線である. このとき, それぞ れの粘度における R_z の平均値に対する標準偏差の比率を図4.7 に示す. R_z の標準偏差は 平均値に対して0.5-1.7(%) 程度であった. また, 図4.6 に示した回帰直線を用いて, 粘度を 算出したところ,この粘度の測定値について,平均値と標準偏差を図4.8に示す.図中の破 線は真値と測定値が一致する場合である.図4.8に示した算出した粘度について、平均値に 対する標準偏差の比率,および,粘度の真値に対する平均値の比率,および,を図4.9、4.10 に示す. 算出した各粘度の標準偏差は 4.7 mPa·s のときに平均値の 178 % (9.2 mPa·s), 97.1,985 (mPa·s) のとき 16% (19 mPa·s),23% (226 mPa·s) であった. また,粘度の真 値に対する平均値の比率は、4.7 mPa・s のときに真値の 110% (5.2 mPa・s), 97.1,985 (mPa・ s)のとき 124% (121 mPa·s),99% (979 mPa·s) であり, 真値に対して-1% から +24% の誤差となった. 市販されている従来の振動式粘度計の測定精度は±3% 程度のため, 作製 した粘度計ではこの仕様を満たすことはできなかった.そのため、実用的には、測定精度の 向上が必要であるが、容器に埋め込んだ圧電振動子を用いた粘度計測は実現できることが わかった. 加えて, 容器内部の圧電振動子表面は絶縁塗料でコーティングされた状態で粘度 測定が実現できており、このことは圧電振動子の電極の錆や腐食を防ぐうえで有用な特徴 である.



マーカー:平均値,エラーバー:標準偏差,破線:回帰直線



図 4.10 粘度の真値に対する算出した粘度の平均値の比率

4.3 むすび

第4章では、ニュートン性の液体を対象として、作製した圧電振動式粘度計による粘度計 測を試みた.その結果、試料の深さによっては液面での反射波の影響が生じる可能性はある ものの、10 mL の粘度標準液に対しては、 $(\rho\eta)^{1/2}$ の増加に伴い R_z が直線的に増加する傾 向がみられ、4.7 - 985 (mPa·s)の範囲において、粘度の真値に対して-1%から+24%の 誤差で粘度計測できた.市販の振動式粘度計の測定精度は±3%程度のため、実用的には測 定精度の向上が必要であるが、容器に埋め込んだ圧電振動子を用いて、10 mL の少量試料に 対する粘度計測を実現できることを確認した.加えて、圧電振動子の表面を絶縁塗料でコー ティングした状態での粘度計測が実現できており、このことは圧電振動子の電極の腐食や 錆を防ぐうえで有用な特徴である. 第5章 非ニュートン性の液体に対する粘度弾性測定実験

5.1 実験系の構成および測定方法

実験に使用した圧電振動式粘度計は、第4章において使用したものとは別に作製したもの であるが、同様の材質と構造であり、図5.1に示すように同様の実験系を用いて実験を行っ た.容器内に試料 10 mL を入れ、圧電振動子の容器内側の面は試料に接し、外側の面は空 気に接する状態で圧電振動子の電気インピーダンス測定を行った.試料には、キサンタンガ ムを主成分としたとろみ調整食品と呼ばれる市販の食品にとろみを付けるのための粉末 (つるりんこQuickly、森永乳業)を水 500 mLと混合したものを使用した.非ニュートン性 の液体の指標の一つとして、回転式粘度計で測定した粘度が使用されることから、回転式粘 度計(LVDV -E, Brookfield)を使用して粘度の測定も行った.回転式粘度計の測定条件は、 プローブは粘度計に付属のもの(型番 LV-3)を使用し、回転速度は100 rpm とした.試料 の粘度は、濃度を変えることで調整し、試料の濃度の範囲は使用した製品に表記されている 使用量の目安にもとづき、5.0g/500 mL (=10 kg/m³)から 15.0 g/500 mL (=30 kg/m³)の範囲 で 1.25 g/500 mL 間隔とした.電気インピーダンスの測定周波数は、径方向振動の直列共 振周波数付近となる79 - 87 (kHz)、横効果中央部振動の直列共振周波数付近となる158 - 162 (kHz)とした.



(b) Voltage phase and vibrational mode

図 5.1 作製した圧電振動式粘度計および実験系

5.2 実験結果および考察

5.2.1 回転式粘度計による測定値

回転式粘度計による試料の粘度の測定値を図5.2に示す. 試料濃度の増加に伴い粘度の測 定値は直線的に増加した.回転式粘度計は,プローブが試料から受ける作用力に比例した粘 度を表示するため,試料濃度の増加に応じて試料から受ける作用力が増加している.



図5.2 回転式粘度計による試料粘度の測定値(100 rpm の場合)

5.2.2 アドミタンス円の形状

各試料に対して, 8回の測定御行い,得られたアドミタンス円を図5.3 に示す.図5.3(a)が 径方向振動の場合,図5.3(b)が横効果中央部振動の場合の測定結果である.径方向振動では, アドミタンス円が歪んでいるが,いずれの試料に対しても同じような形状となった.横効果 中央部振動ではアドミタンス円の形状は真円に近いが,360 mPa・s 以上では,粘度が大きく なるにつれてアドミタンス円も大きくなっている.

横効果中央部振動の場合は、図4.2に示した粘度標準液に対するものとはアドミタンス円 の変化の傾向が異なるが、アドミタンス円が真円に近い形状のため、横効果中央部振動の振 動モードのみが励起されていると考えられる.このことから、第2章で示した等価回路を適 用できると考えた.



(a)径方向振動の場合,(b)横効果中央部振動の場合

5.2.3 R_z および 1/C_z と粘度の関係

測定したアドミタンスから求めた R_z および $1/C_z$ の平均値と標準偏差について, 径方向振動の場合を図5.3, 5.4 に, 横効果中央部振動の場合を図5.5, 5.6 に示す. 径方向振動で は, R_z は 360 mPa·s 以上では減少し, $1/C_z$ は粘度増加に伴い減少する傾向を示した^[15]. 横効果中央部振動では R_z は, 360 mPa·s 以下では増加したが, 360 mPa·s 以上では減少し た. また, $1/C_z$ は 556 mPa·s に以下では増加したが, 556 mPa·s 以上では減少した.

試料を図2.4に示すケルビン・フォークトモデルで表される粘弾性体と見做したとき, 試料の粘性や弾性が大きくなるとケルビン・フォークトモデルにおける減衰係数やばね定数に相当する係数が大きくなり, 圧電振動子の等価回路における *R_z* および 1/*C_z* は増加すると考えられる. したがって, 横効果中央部振動については, 360 mPa・s 以下においては, このモデルが成り立ち, 粘弾性の測定が行えると思われる. 一方で, 360 mPa・s 以上では, *R_z* が減少するということは圧電振動子の振動が減衰しなくなると考えられるが, その理由として, 試料から受けるずり応力が小さいことだけでなく, 試料中を振動が伝搬し, 液面で反射した波を受け取っている可能性もある. 試料が粘弾性体であるということは, 液体と異なり, 剛性をもつため, 横波が伝搬している可能性がある. そのため, 弾性の大きな粘弾性体の測定のためには, 反射波の影響も考慮する必要があると考えられる.



図5.3 径方向振動の場合の R_z の平均値と標準偏差 マーカー:平均値,エラーバー:標準偏差



図5.6 横効果中央部振動振動の場合の 1/C_z の平均値と標準偏差 マーカー:平均値, エラーバー:標準偏差

5.3 むすび

第5章では、非ニュートン性の液体として、キサンタンガムを主成分とするとろみ調整食品と水の混合液を用いて、作製した圧電式粘度計による粘弾性の測定を試みた.その結果、 試料の濃度が小さく粘度が小さいときは、濃度増加に伴い圧電振動子の電気的等価回路の *R_z、1/C_z*は増加する傾向を示したが、濃度が大きく粘度が高いときは*R_z、1/C_z*は減少す る傾向を示した.これは、試料をケルビン・フォークトモデルで表せる粘弾性体と見做した だけでは説明できないものである.その原因の一つとして試料の弾性が変化したことで液 面からの反射波の影響が変化した可能性があるため、粘性や弾性の大きな非ニュートン性 の液体の粘弾性を測定するためには、反射の影響も考慮する必要があると考えられる.

第6章 結論

本研究では、粘度計の使用状況として工場などでの抜き取り検査のように測定する試料 を取り分けて測定する場合を想定した.このとき、液体中にプローブが突出せず、少量の試 料を測定可能であり、広範な粘度を測定可能な粘度計を実現することを目的とした.そのた めの粘度計として、容器底面にプローブとなる圧電振動子を埋め込んだ構造を持つ圧電振 動式粘度計を提案し、このような粘度計を実現するための圧電振動子の振動モードとして 横効果中央部振動を提案した.提案する粘度計と振動モードについて、シミュレーションお よび実際に作製した圧電式粘度計を用いた実験を行い、この振動モードを実現できる見込 みを得た.そして、ニュートン性の液体に対しては、圧電振動子の等価回路解析により測定 原理に基づき粘度を測定できることを示した.また、非ニュートン性の液体に対しては、粘 性や弾性が小さい場合は、圧電振動子の等価回路成分に試料の粘弾性の影響が生じること を示した.

第1章では、本研究の背景について説明した.液体状の食品や機械用のオイルなどの品質 管理のために粘度計測が必要とされており、粘度計測の省力化のために取り扱いの容易な 粘度計が求められている.そして、従来の粘度計の特徴について説明するとともに、先行研 究である圧電振動子を用いた振動式粘度計について説明した.本研究では取り扱いの容易 な粘度計を実現するために、液体中にプローブが突出せず、少量の試料を測定可能であり、 広範な粘度を測定可能な粘度計を実現することを目的として、試料を入れる容器の底面に 測定用プローブとして圧電振動子を埋め込んだ圧電振動式粘度計を提案した.

第2章では、圧電振動式粘度計の測定原理について、測定対象をニュートン性の液体と 非ニュートン性の液体に分けてそれぞれ説明した.ニュートン性の液体では,液体に接触 した平板状の圧電振動子が、接触面の接線方向に正弦波振動する場合を仮定し、圧電振動 子が受ける液体の粘性による作用力を示した. そのうえで, 圧電振動子の電気的等価回路 モデルと対応する力学モデルを示し、液体の粘性よる作用力を受ける場合における圧電振 動子の力学モデルと電気的等価回路モデルの対応を示した.液体の粘性よる作用力を受け る場合においては、圧電振動子の電気的等価回路における抵抗成分は、圧電振動子単体の 抵抗成分,および,接触している液体の密度と粘度の積の二乗根に比例する抵抗成分が存 在する.そして、圧電電振動子の電気インピーダンス測定に基づく等価回路解析によって この抵抗成分を測定できることから、密度既知の場合においては液体の粘度を算出できる ことを述べた. 非ニュートン性の液体については, 液体をケルビン・フォークトモデルで表 せる粘弾性体と見做して, 圧電振動子が粘弾性体から作用力を受ける場合における力学モ デルと電気的等価回路モデルの対応を示した.このとき,圧電振動子の電気的等価回路に おける抵抗成分が圧電振動子の抵抗成分と粘弾性体の減衰係数に比例する抵抗成分を合成 したものとなり、容量成分が圧電振動子の容量成分と粘弾性体のばね定数に相当する係数 に比例する容量成分を合成したものとなることを示した.そして、圧電電振動子の電気イ ンピーダンス測定に基づく等価回路解析によってこれらの合成抵抗と合成容量を測定でき ることから、粘弾性に関わる定数を算出できることを述べた.

第3章では、提案する横効果中央部振動方式の圧電式粘度計について、その概要を示し たうえで、有限要素法によるシミュレーションにより振動モードを実現可能か検討すると ともに、実際に圧電振動式粘度計を作製して励起される振動モードの検討を行った.シミ ュレーションでは円板状の圧電振動子と提案する電極配置を用いて横効果中央部振動が励 起されることを確認し、加えて、横効果中央部振動は概ね面内振動するため測定原理を適 用できる見込みを得た.そして、圧電振動式粘度計を作製して電気インピーダンスを測定 した結果、圧電振動子を容器底面に埋め込む前においても埋め込んだ状態においてもシミ ュレーションと同様の直列共振周波数が得られた.そのため、作製した圧電振動式粘度計 においても横効果中央部振動の振動モードが励起されると考えられる.

第4章では、ニュートン性の液体としてシリコーンオイルの粘度標準液を対象とし、作成 した圧電振動式粘度計による粘度の測定を試みた.その結果、横効果中央部振動を用いるこ とで、測定原理で示したように、圧電振動子の等価回路の抵抗成分に、試料の密度と粘度の 積の二乗根に比例した変化量が現れることが確認できた.そこで、測定精度を検証したとこ ろ、4.7-985 (mPa·s)の粘度範囲において、粘度の真値に対する誤差が -1% から +24% となった.市販の振動式粘度計の測定精度は ±3% 程度のため、実用的には精度の向上が 必要であるが、本研究の成果として、容器底面に埋め込んだ圧電振動子を用いて粘度測定を 行えることがわかった.

第5章では、非ニュートン製の液体として、キサンタンガムを主成分とするとろみ調整食品と水の混合液を対象として、粘弾性の測定を試みた.その結果、試料の濃度が大きくなり、粘性と弾性が大きくなると、圧電振動子の電気的等価回路の解析結果は試料をケルビン・フォークトモデルで表せる粘弾性体と見做しただけでは説明できないものとなった.その原因の一つとして液面からの反射波の影響が考えられるため、粘性や弾性の大きな非ニュートン性の液体の粘弾性を測定するためには、このような影響も考慮する必要があると考えられる.

以上のように、本研究では、取り扱いの容易な粘度計として、液体中にプローブが突出せ ず、少量の試料を測定可能であり、広範な粘度を測定可能な粘度計を実現することを目的と した.このような粘度計として、容器底面に圧電振動子を埋め込んだ圧電振動式粘度計を提 案した.提案する圧電振動式粘度計は、ニュートン性の液体に対しては、10 mL の試料に対 して4.7-985 (mPa·s) の粘度範囲において圧電振動子の等価回路解析に基づく粘度測定を実 現でき、これにより、取り扱いの容易な粘度計の実現による粘度計測の省力化に貢献できた. 加えて、プローブを容器に埋め込んだ状態で広範囲の粘度を測定可能な粘度計を実現でき たことから、今後の展望として、配管への埋め込みによるオンライン粘度計測への応用が期 待される.

一方で,残された課題として,非ニュートン性の液体に対する粘弾性測定のためには,試料の粘性や弾性が大きくなるにつれて,試料を単純にケルビン・フォークトモデルで表せる 粘弾性体と見做しただけでは,等価回路成分の変化が試料の粘弾性の変化傾向と一致しな いこともわかった.そのため、非ニュートン流体の粘弾性を測定するには、反射の影響など、 圧電振動子の振動に影響する広範な要因を考慮する必要がある.

謝 辞

本論文は,筆者が 筑波大学 大学院システム情報工学研究科 知能機能システム専攻 在 学中に,音響システム研究室において実施した研究をまとめたものです.

指導教員である 筑波大学 システム情報系 知能機能工学域 教授 水谷孝一先生には,主 指導教員として,研究の実施,学会発表,論文執筆など様々な場面においてご指導ご鞭撻を いただきました.特に博士後期課程進学後は,大変ご迷惑をおかけしましたが,研究活動だ けでなくティーチングアシスタントや,研究室の運営,学生ゼミなど,様々な経験を積む機 会をいただきました.心より感謝いたしますとともに厚くお礼申し上げます.

筑波大学 システム情報系 知能機能工学域 准教授 若槻尚斗先生には,副指導教員とし て,研究に関する理論的な知識や,論文の執筆などにおいて,多くのご指導をいただきまし た.お忙しい中でも,快く相談に乗ってくださり,問題解決のために様々な助言をいただき ました.おかげさまで,研究への理解を深めることができました.心よりの感謝とお礼を申 し上げます.

筑波大学 システム情報系 知能機能工学域 准教授 海老原格先生には,副指導教員として,学会発表や論文の執筆などにおいて,多くのご指導をいただきました.なかでも,雑誌 論文の投稿にあたっては強力に背中を押していただいたおかげで発表することができました. た.心よりの感謝とお礼を申し上げます.

筑波大学 システム情報系 知能機能工学域 助教 前田祐佳先生, 筑波大学 生命環境系 北村豊先生, 農業・食品産業技術総合研究機構・野菜花き研究部門 安藤泰雅博士 には,本 論文を執筆するにあたり,専門的な見地から様々なご指摘・ご助言をいただきました.本論 文および発表内容に関してご指導いただきましたことに深く感謝いたします.

筑波大学 システム情報系 知能機能工学域 助教 善甫啓一先生 には,学会発表に際して 様々なご指導をいただきました.また,大学の仕事に関して貴重な経験を積む機会もいただ きました.心よりお礼申し上げます.

音響システム研究室,通信システム研究室,生体計測システム研究室,知覚拡張システム 研究室の皆様には,研究室における生活を営む上で様々な場面においてお世話になりまし た.本研究室の先輩である,黒山喬允博士には,私が研究室に配属された当初の右も左もわ からない頃から非常にお世話になりました.安藤泰雅博士には,在学中にお世話になっただ けでなく,卒業後も大変お世話になりました.博士後期課程に在籍する藤田佑樹氏,青木拓 也氏には,研究だけでなく私生活の面においても大変お世話になりました.同期であった茂 木貴弘氏,角間考一氏,小林彰人氏には,様々な相談にのっていただきました.また,既に 卒業した方,在籍している方と様々ですが,千葉裕介氏,小木曽里樹氏,宮本隆典氏,中林 大樹氏,佐野祐士氏,糸井川椋氏をはじめとする研究室の皆様には,日頃より,食事やイベ ント,研究室の運営などで大変お世話になり,楽しい時間を過ごさせていただきました.お 世話になった皆様に心からの感謝を述べさせていただきます. 最後に、様々な面において長年にわたり私を気遣い支えてくれた家族に対し、心から感謝 します.

参考文献

- [1] 農林水産省, "ウスターソース類の日本農林規格", 2015, http://www.maff.go.jp/j/jas/jas kikaku/kikaku itiran.html, (accessed 2018-1-27).
- [2] 乳業技術講座編集委員会 編, "*乳業技術講座第5 巻牛乳乳製品検査*", 第7版, 朝倉 書店, pp. 15-16, 2015.
- [3] 津郷友吉 監修, "*乳製品工業上巻*", 初版, 地球出版, pp. 29-37, 1971.
- [4] JAMAGAZINE 編集委員会, "JAMAGAZINE 11 月号 vol. 48, 日本自動車工業会, pp. 2-4, 2014.
- [5] 日本食品工学会 編, "食品工学ハンドブック", 初版, 朝倉書店, pp. 487-489, 2006.
- [6] 日本工業標準調査会, "JIS Z 8803 液体の粘度測定方法", 2011, http://www.jisc.go.jp/app/jis/general/GnrJISSearch.html, (accessed 2018-1-27).
- [7] K. K. Kanazawa and J. G. Gordon, "The oscillation frequency of a quartz resonator in contact with a liquid", Analytica Chimica Acta, 175, pp. 99-105, 1985.
- [8] H. Muramatsu, E. Tamiya and I. Karube, "Computation of equivalent circuit parameters of quartz crystals in contact with liquids and study of liquid properties", Anal. Chem., 60 (19), pp. 2142-2146, 1988.
- [9] T. Zhou, L. Nie and S. Yao, "On equivalent circuits of piezoelectric quartz crystals in a liquid and liquid properties Part I. Theoretical derivation of the equivalent of the equivalent circuit and effects of density and viscosity of liquids", Journal Electroanalytical Chemistry, 293 (1-2), pp. 1-18, 1990.
- [10] 千葉敬史,勝世敬一,奥田篤,山本寧,"圧電振動子による溶液系センサー 溶液中の水晶振動子の電気的特性 ",北海道立工業試験場報告, 292, pp.41-49, 1993.
- [11] S. Momozawa and K. Imano, "Viscosity measurement in liquid using transversal effects of piezoceramic disk-type PZT transducer in the frequency range of 70 - 430 kHz", Jpn. J. Appl. Phys., 40, pp. 3654-3657, 2001.
- [12] 千葉拓郎,田井秀一,上羽貞行,小林力,"3 角形圧電バイモルフ振動子を用いた振動型粘度計による超低周波での粘度測定",日本音響学会誌,64 (12), pp. 702-708,2008.
- [13] J. Takarada, N. Wakatsuki, K. Mizutani and K. Yamamoto, "numerical analysis of piezoelectric sensor using multimode vibration for liquid density and viscosity measurement", Jpn. J. Appl. Phys., 49, 07HC02, 2010.
- [14] J. Takarada, N. Wakatsuki, K. Mizutani and K. Yamamoto, "Measurement of liquid viscosity and density using single piezoelectric resonator with two vibration modes", Jpn. J. Appl. Phys., 51, 07GB07, 2012.

- [15] T. Adachi, K. Mizutani, N. Wakatsuki and T. Ebihara, "Viscosity Sensor for Nursing Care Meal Using Piezoelectric Resonator in Radial Mode", Proceedings of 2016 IEEE 5th Global Conference on Consumer Electronics (GCCE), Student Award Session 5 (SAW 5), pp. 12-14, 2016.
- [16] 安立隆陽,水谷孝一,若槻尚斗,海老原格,"プラスチック容器底面に埋め込んだ圧 電振動子の中央部の振動を用いる粘度計測手法",農業施設学会誌,49(4),pp.149-156,2018.
- [17] 川田裕郎, "*計量管理技術双書(1) 改訂 粘度*", 12版, コロナ社, pp.139-145, 1976.
- [18] J.G.Woodward, "A Vibrating-plate Viscometer", Journal of Colloid Science, 6 (5), pp481-491, 1951.
- [19] 富士セラミックス、"*圧電セラミック テクニカルハンドブック*"、
 http://www.fujicera.co.jp/managed/wp-content/themes/fujicera/images/product/application/ceramics_handbook.pdf,
 (accessed 2019-1-26)
- [20] 実吉純一・菊池喜充・能本乙彦 監修, "*超音波技術便覧*", 新訂版, 日刊工業新聞 社, pp. 334-337, 1989.
- [21] 超音波便覧編集委員会 編, "超音波便覧", 初版, 丸善, pp. 102-107, 1999.
- [22] 牛尼清治, "塗膜の粘弾性", 色材, 62 (2), pp. 100-107, 1989.
- [23] 岡小天 編著, "レオロジー入門", 7版, 工業調査会, 1997.
- [24] 編集委員会, "粘性と弾性", 日本ゴム協会誌, 82 (2), 2009.
- [25] 熊谷仁, 熊谷日登美, "レオロジーと食品工学ー-嚥下食害者要介護食の物性を中心 として", 日本食品工学会誌, 10(3), pp. 137-148, 2009.
- [26] 清水信行,大和田浩史,飯島正樹,"粘弾性振動子の強制調和振動(分数階微分を含む1自由度振動応答)",日本機械学会論文集(C編),63(608),1997.
- [27] 佐藤美洋,"力学モデルを用いた防振・制振材料設計の指針",日本ゴム協会誌,889 (8), pp.241-248,2016.
- [28] 小林大, "QのQ&A", 電気学会誌, 122(1), pp. 37-40, 2002.
- [29] 山田啓文,周波数変調方式原子間力顕微鏡の開発と液中生体分子イメージング,光
 学,42(2),pp.95(29)-101(35),2013.
- [30] 小林成貴,李艶君,内藤賀公,影島賢己,菅原康弘,Q値制御法による位相変調方式 原子間力顕微鏡の感度向上,表面科学,28(9),pp.532-535,2007.
- [31] 信越シリコーン,シリコーンオイル KF-96 性能試験結果, https://www.silicone.jp/catalog/pdf/kf96_j.pdf, (accesed 2019-1-29)
- [32] 尾本章,藤原恭司,"音響的にソフトな境界面",日本音響学会誌,60(2), pp.66-71, 2004.

著者文献

<学位請求申請に関連のある論文>

- 查読付雑誌論文
- (J-1) 安立隆陽,水谷孝一,若槻尚斗,海老原格,「プラスチック容器底面に埋め込んだ圧 電振動子の中央部の振動を用いる粘度計測手法」,農業施設学会誌,49(4),pp.149-156(2018.12).

・査読付国際会議論文(学位請求申請に関連のある論文)

(P-1) <u>Takahiro Adachi</u>, Koichi Mizutani, Naoto Wakatsuki, Tadashi Ebihara: Viscosity Sensor for Nursing Care Meal Using Piezoelectric Resonator in Radial Mode, Proceedings of 2016 IEEE 5th Global Conference on Consumer Electronics (GCCE), ISBN 978-1-5090-2332-5, pp. 12-14 (2016.10.11-14).

くその他の論文>

・査読なし国内講演会等における発表(筆頭著者としてのもの)

- (1) <u>安立隆陽</u>,水谷孝一,海老原格,「乳酸発酵による牛乳蛋白質の凝固過程の超音 波モニタリング」,日本機械学会,第24回バイオエンジニアリング講演会講演論 文集,7D26,(2012.1.7-8)
- (2) <u>安立隆陽</u>,水谷孝一,若槻尚斗,海老原格,「乳酸発酵による牛乳蛋白質の凝固 プロセスの超音波モニタリングに関する研究」,日本機械学会,関東学生会第 51 回学生員卒業研究発表講演会,105,(2012.3.9)
- (3) <u>安立隆陽</u>,水谷孝一,海老原格,「異なる深さに設置された超音波プローブによるヨーグルト発酵モニタリング」,日本食品科学工学会,第59回大会講演集, 2Ma8, p.132, (2012. 8.29-31).
- (4) <u>安立隆陽</u>,水谷孝一,海老原格,「ヨーグルト醗酵過程における超音波を用いる 粘度モニタリング」,日本食品科学工学会,平成25年度関東支部大会講演要旨 集,D1, p.22, (2013. 3.9).
- (5) <u>安立隆陽</u>,水谷孝一,海老原格,「粘度による超音波の振幅の変化を利用するヨ ーグルトの醗酵モニタリング」,日本食品科学工学会,第60回記念大会講演集, 3Ba8, p.188, (2013. 8.29-31).
- (6) <u>安立隆陽</u>,水谷孝一,海老原格,「超音波の減衰係数の変化を利用するヨーグル ト中の気泡検出」,日本食品科学工学会,平成26年度関東支部大会講演要旨集, 26, p.27, (2014. 3.1).

- (7) <u>安立隆陽</u>,水谷孝一,若槻尚斗,海老原格,「圧電素子の互い違いな横効果振動を用いる液体食品の粘度測定」,日本食品科学工学会,平成28年度関東支部大会講演要旨 集,50,p37,(2016.3.5).
- (8) <u>安立隆陽</u>,水谷孝一,若槻尚斗,海老原格,「圧電振動子を用いる溶質の異なるとろ み付食品のみかけ粘度測定」,日本食品科学工学会,平成 29 年度関東支部大会講演要 旨集,35, p 30, (2017.3.4).
- (9) <u>安立隆陽</u>,水谷孝一,若槻尚斗,海老原格,「液状食品の品質評価に適した圧電粘度 計の設計」,農業施設学会,二〇一八年農業施設学会学生・若手研究発表会講演要旨 集,発表番号 1, p 6, (2018.2.24).

・査読なし国内講演会等における発表(共著者としてのもの)

- (1) 千葉裕介, <u>安立隆陽</u>, 海老原格, 水谷孝一: "紫外線硬化樹脂の硬化過程における 超音波伝搬速度の変化", 日本音響学会, 2013 年秋季研究発表会講演論文集, CD-ROM, 2-Q-32, pp.1307-1308, (2013. 9).
- (2) 水谷孝一,若槻尚斗,海老原格,前田祐佳,善甫啓一,<u>安立隆陽</u>,「超音波の伝搬特 性の変化を利用するヨーグルトの粘度モニタリング」,日本食品機械工業会,FOOMA JAPAN 2014 アカデミックプラザ要旨集,Vol. 21, pp.225-228, (2014.6.10-13).
- (3) 水谷孝一,若槻尚斗,海老原格,前田祐佳,善甫啓一,<u>安立隆陽</u>,「ピエゾセンサを 用いる少量でも計測可能な流動食品のとろみ(粘度)センサ,日本食品機械工業会, FOOMA JAPAN 2017 アカデミックプラザ要旨集, Vol. 24, pp.107-110, (2017.6.13-16).