

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年 6月 8日現在

機関番号：82626

研究種目：基盤研究（B）

研究期間：2009～2011

課題番号：21360103

研究課題名（和文）MEMS技術を用いた粘性センサ（ η -MEMS）の開発

研究課題名（英文）Development of MEMS based viscosity sensor

研究代表者

藤井 賢一（Fujii Kenichi）

独立行政法人産業技術総合研究所・計測標準研究部門・研究室付

研究者番号：50357901

研究成果の概要（和文）：

小型で汎用性の高い粘性センサを、MEMS技術を用いて開発することを目的として、研究を行った。本研究課題により、粘性センサの基本構造の製作方法が完全に確立し、ひずみゲージの内蔵化にも成功した。また、センサホルダーを製作し、粘度測定を行い、理論と合致する波形を得て、粘度を数%の偏差で測定できることを確認した。さらに、自励発振現象を用いた粘性測定の理論と、実験的検証に関連して、新たに8件の特許を出願し、これまでの振動粘度計では測定が困難であった高粘性液体の粘性測定に成功した。

研究成果の概要（英文）：

The development of viscosity sensor based on the MEMS technology was conducted. It came to be able to produce the basic structure of the sensor and strain gauge on the sensor chip. The measurement principle of the sensor was verified by using a developed holder which is applied the piezo actuator. The experimental results of the verification agreed with the calibration value of the standard reference liquid. The experiment of the measurement theory using the self-oscillation was quite a success. We applied for eight patents.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	6,600,000	1,980,000	8,580,000
2010年度	4,300,000	1,290,000	5,590,000
2011年度	4,000,000	1,200,000	5,200,000
年度			
年度			
総計	14,900,000	4,470,000	19,370,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・熱工学

キーワード：粘度，センサ，MEMS，熱物性，自励発振

1. 研究開始当初の背景

液体の粘度は、さまざまな産業分野で重要な基礎的物性値である。従来、粘度はラボレベルの卓上型測定器で測定されてきたが、近年になって、生産工程のライン上で粘度測定

ができるプロセス粘度計の重要性が増している。しかし、大型、複雑、高価などの課題があり、十分に普及が進んでいないのが現状であった。これに対し、旧来より、粘性センサの開発の必要性が指摘されていたが、多く

の研究は、実験室レベルにとどまり、産業上の実用に耐えられるものは存在しなかった。

2. 研究の目的

本研究では、MEMS加工技術を用いて、産業界の様々なシーンで、省コストなインプロセス粘性測定のニーズに応えることができる超小型の粘性センサ(η -MEMS:イータメムス)を開発する。これまでの粘度測定の研究に裏打ちされた正当な粘度測定理論を構築し、それをMEMSセンサで実現するための構造を提案する。また、粘度測定に自励発振理論を導入し、高効率な測定システムと、高精度な測定を実現することを目的とする。

3. 研究の方法

(1) ダブルスパイラル型振動式粘度センサ

本研究では、上記の目的を実現するため、新たに、ダブルスパイラル形状の平行運動によって擬似的クエット流れを発生させる、振動子形状を提案し、MEMSセンサ化した。開発したセンサは、厚み約400 μm のシリコンウェーハに、深彫り反応性イオンエッチング(Dep-Reactive Ion Etching: D-RIE)で、幅約40 μm の溝構造を貫通させ、幅約80 μm の二重渦巻き状の振動子を形成して製作した。渦巻きの中央部分を押すと、タケノコばねのように変形を起こし、振動体と感力体の垂直壁面は、疑似的に並行移動する。このとき、チップ全体を液体中に入れて、振動体と感力体のギャップに液体を浸透させれば、疑似的にクエット流れが実現される。擬似的クエット流れの粘性応力によって、振動体を振動させるだけで、感力体も振動を始める。感力体の運動方程式を解析すると、その変位 x_1 は

$$x_1 = \frac{2\Gamma\omega A_2}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + (2\Gamma\omega)^2}} \cos\left(\omega t - \tan^{-1}\left(-2\Gamma\frac{\omega}{\omega_0^2 - \omega^2}\right)\right) \quad (1)$$

$$2\Gamma = (2\eta S)/(md), \omega_0 = \sqrt{k_1/m} \quad (2)$$

となる。この周波数応答曲線を実験的に取得し、フィッティングすることで粘度を測定できる。

(2) 自励発振式粘度計測理論

研究分担者らが発案した自励発振現象を用いた粘性測定理論では、まず、変位センサか速度センサと、アクチュエータを備えた機械的振動子を、粘性流体中に浸けて、センサとアクチュエータの間を速度正帰還のループで結び、フィードバックゲインをスweepアップして、自励発振が起きた時の発振限界フィードバックゲインの大きさから流体の粘度を求めることができる。理論解析の結果

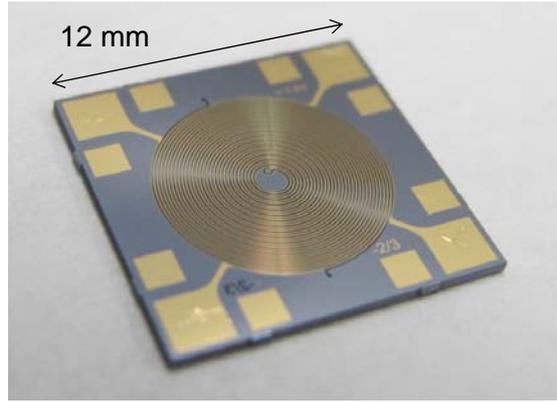


Fig. 1 開発した粘性センサチップ。表面の金色のパターンはひずみゲージ。

より、粘度 η は、

$$\eta = \left(\frac{k_{cr}}{S}\right)^2 \frac{2}{\rho\omega_0} \quad (3)$$

で算出できる。ただし、 k_{cr} は発振限界フィードバックゲイン、 ω_0 は自励発振周波数、 S は感力板の面積、 ρ は液体の密度である。

4. 研究成果

(1) 粘度センサの検証

開発した粘性センサを Fig. 1 に示す。D-RIEによる深彫り加工は、ウェーハを貫通することに成功し、二重渦巻き構造のスパイラルが形成された。設計段階で40 μm であった溝は、やや広がり50 μm 程度となったものの、垂直度は良好で、概ね 90 ± 0.3 度程度であった。測壁面にはD-RIEによるスキヤロップが見られたが、大きい場合でも50 nm程度であり、粘性測定に大きな影響は及ぼさない範囲であった。

開発したセンサチップを用いて粘性測定を行なうため、Fig. 2のような piezo 内蔵型ホルダーユニットを試作した。この piezo ユニットの、piezo 素子が内蔵されており、センサチップの裏からピンを介して振動体を加振できる。piezo 素子はOリングで封止されており、piezo ユニット全体を液体中に浸けて測定できる。このようなホルダーを用いれば、センサチップをディスプレイと見れば、汚れたら捨てて交換するというような使用方法も実現できる。

試作した piezo ユニットを用いて粘度測定の実証実験を行った。実験の段階では、センサ表面に実装したひずみゲージの評価が不十分であったため、変位はレーザー変位計で測定して検証実験を行った。試料は粘度計校正用標準液である。

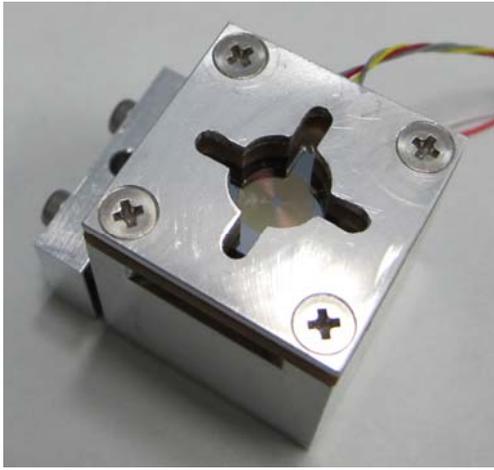


Fig. 2 ピエゾ素子内蔵粘性センサチップホルダー

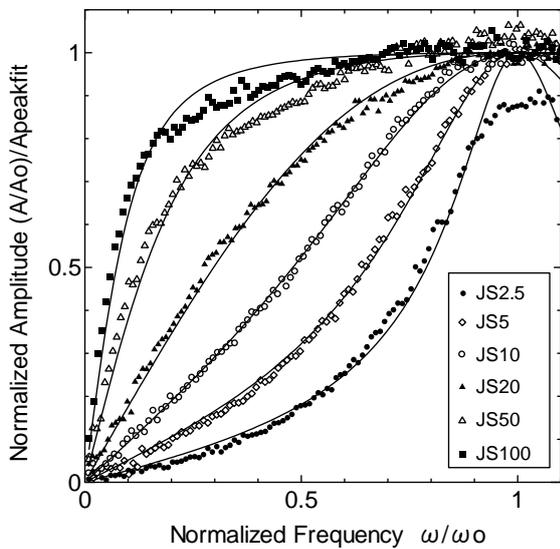


Fig. 3 検証実験で得られた周波数応答曲線

Table 1 JS10 を基準とした粘度の算出結果

	Kinematic viscosity	Dynamic Viscosity	Density	Dynamic Viscosity	Deviation
24 °C	calibrated value	calibrated value	calibrated value	measurement	
	mm ² /s	mPa·s	kg/m ³	mPa·s	%
JS2.5	2.295	1.773	0.773	1.66	-6.3
JS5	4.483	3.62	0.807	3.96	9.4
JS10	8.927	7.334	0.822	-	0
JS20	17.16	14.29	0.833	15.62	9.3
JS50	41.25	34.87	0.845	34.63	-0.7
JS100	80.55	68.77	0.854	63.1	-8.2

実験結果を Fig. 3 に示す. 縦軸は感力体の振幅と振動体の振幅の比, 横軸は共振周波数で規格化した周波数軸である. 測定に用いた粘度標準液の物性値を Table 1 に示す. Fig. 3 では, 粘度が高くなるにつれて, 周波数応答曲線が共振周波数を中心にブロードになり, 粘度によって大きく異なる様子が見て取れる. JS10 の周波数応答曲線を基準に装置定数を定め, その装置定数を用いてそれぞれの周波数応答曲線から粘度を算出した結果を,

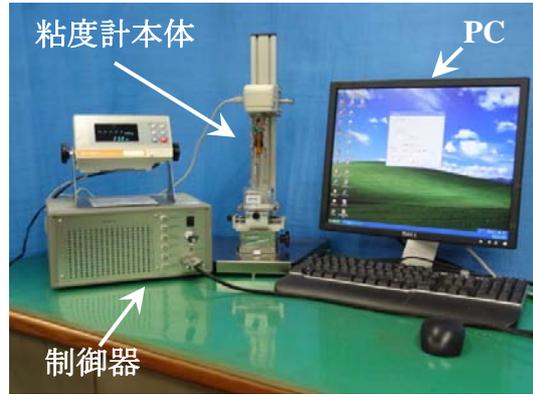


Fig. 4 自励発振式粘度計測理論の実験装置

Table 1 に示す. 粘度標準液の校正値と比較して, およそ±10%以内で一致した. この結果から, 測定精度としてはまだ不十分であるが, 初期段階の検証としては, 開発した粘性センサとピエゾユニットが, 粘性測定に実用可能であることが確認された.

(2) 自励発振式粘度計測の検証実験

自励発振方式粘度計測法を実証するために, 市販の振動式粘度計 (エー・アンド・デイ社製音叉型振動式粘度計 SV-10) を改造して実験装置とした (Fig. 4 参照). 市販品を用いた理由としては, 必要最小限の改造を施すことで自励発振方式粘度計が実現できるようになれば, 研究・開発の段階を飛び越して, 当該粘度計測法の市場投入への可能性が高まるからである.

具体的に改造は, センサ (変位センサ) 出力からアクチュエータ (フォースコイル) に至るループの途中に自励発振のためのフィードバック制御器を挿入した (Fig. 5 参照). 制御器では, 変位信号を微分し, さらに所望のゲイン値だけ増幅した信号をアクチュエ

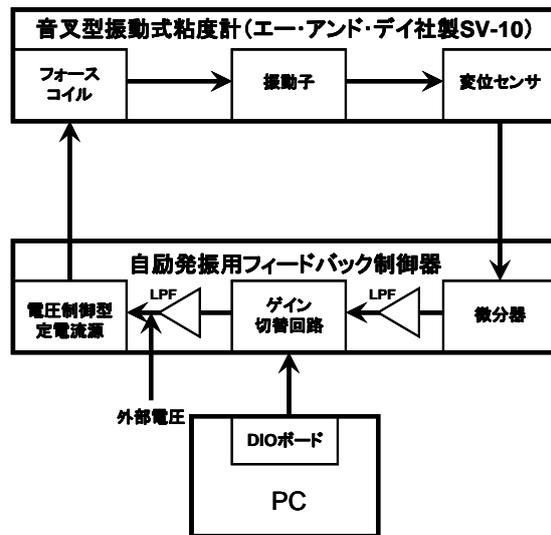


Fig. 5 改造粘度計ブロック図

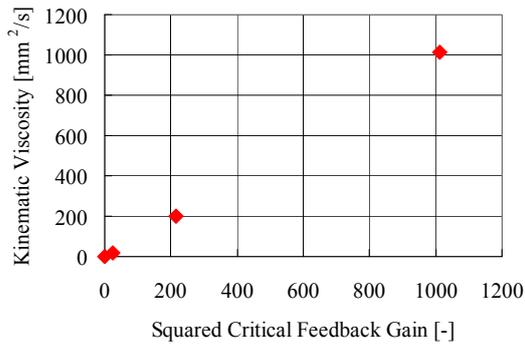


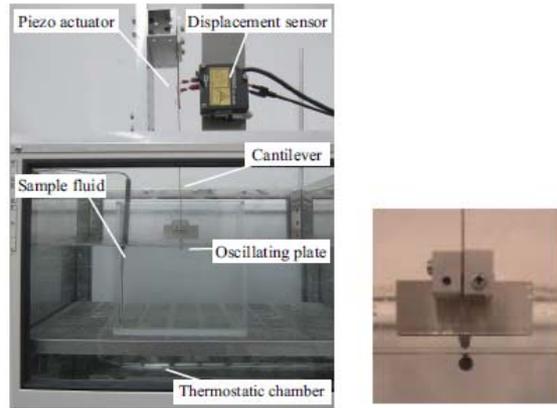
Fig. 6 動粘度とフィードバックゲイン

ータに正帰還する。ゲイン調整は、パソコン上のソフトを介して、プリアンプ部で×0.1, ×1, ×10の3種類からレンジを選択した後、1~100倍(256段)の範囲で変更できる。さらに、各段は10回転サーメットトリマによって、小数点以下2桁の精度で発振限界のゲイン値を求めることを可能としている。一方、センサ、振動子、アクチュエータ等、その他の部分は全て前記製品のメカニズム・機能をそのまま利用した。

粘度標準液などを用いた計測実験の結果を Fig. 6 に示す。式(3)より、理論的には動粘度は発振限界フィードバックゲインの2乗に比例することが分かるが、グラフは理論の妥当性を支持している。

しかし、動粘度 3000 mm²/s の液体を計測した結果は、自励発振に必要なゲインが 353.20 と、理論から予測される値より大幅に大きく、自励発振はしたものの、そのプロットはグラフから大きく外れる結果となった。また、3000 mm²/s の液体の動粘度を計った際の発振限界フィードバックゲインを基準にして、理論的にはその 2.16 倍のゲインで(当該実験装置にて与えることのできるゲインの範囲内)で測定できるはずの 14000 mm²/s の液体については、最大ゲインによるフィードバックを講じても自励発振させることはできず、動粘度計測には至らなかった。これらの問題については今後の課題としたい。

さらに、高粘性液体の動粘度の測定可能性に関する基礎的な知見を得るため、市販の振動式粘度計を用いず、よりフレキシブルなパラメータ設定が容易なカンチレバー型の自励発振型粘度計 (Fig. 7 参照) を試作して粘度測定を行った。Fig. 7(a) に示すように振動部は、測定液中に浸され粘性力を受ける平板状の感力体がカンチレバーにより支持され、その復元力により感力体平板の面と平行な方向に自由に振動できる構造を持つ。カンチレバー上部支持端付近のたわみをレーザー変位計で測定し、得られた電気信号を微分して



(a)装置全体図 (b)感力体

Fig. 7 高粘度液体を対象とした自励発振型粘度計

カンチレバーのたわみ速度をもとめる。さらに速度信号にゲインをかけて増幅された信号を使って、支持端付近に張り付けられたバイモルフ型の piezo アクチュエータを駆動する。この結果上記ゲイン(速度正帰還ゲイン)を調整することにより、カンチレバーに自励振動を発生させることができる。自励振動を開始するフィードバックゲインから動粘度が測定できる。本実験では粘度計校正標準液 JS500, JS1000, JS14000, JS160000 について粘度測定を行い、試作機の有効性を実験的に評価した。

まず予備実験として JS160000 の液体に対して、強制加振の周波数応答曲線を測定したところ Fig. 8 のようにピークは得られず、共振振幅から粘度を同定する従来の振動式粘度計は、高粘度液体には利用不可能であることが分かった。

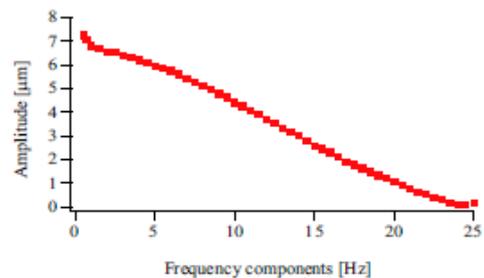
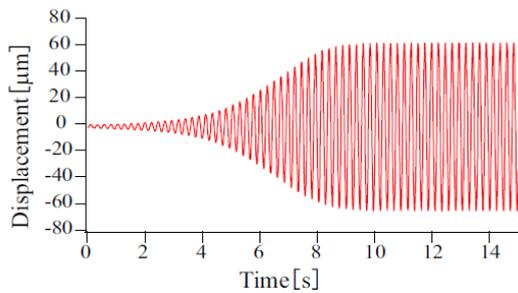
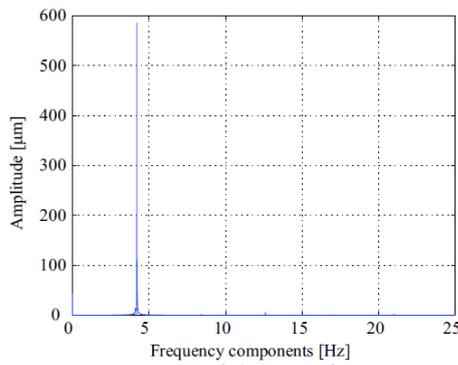


Fig. 8 カンチレバーの強制加振応答(周波数応答曲線)

本研究で提案した粘度測定法(速度正帰還によって自励発振したカンチレバーを用いる手法)による結果を以下に示す。まず Fig. 9 は JS1000 に対する実験データで、大きさ 24 μm の感力体を先端に持つカンチレバーの振動の時刻波形とその定常状態部分における周波数分析結果である。応答周波数は単一であり、固有周波数に一致していることから、カンチレバーは自励発振していると判断できる。



(a)時刻歴波形



(b)周波数分析結果

Fig. 9 カンチレバーの自励発振

より高粘度の液体の粘度を測定する場合、感力体に働く粘性力が大きくなり、境界条件がカンチレバーのそれと大きく異なってくる。この結果、測定精度が悪化するため、粘度の大きさに応じて感力体の面積を変更する必要があることが分かった。Fig. 10 は3種類の大きさの感力体を使い分けて測定した結果で、JS1000 の動粘度を基準にした、JS14000, JS160000 の測定結果である。縦軸は自励発振限界におけるフィードバックゲインの値から求めた実験値であり、横軸は公称値である。JS160000 の場合に測定結果にはばらつきがあるものの、本研究で提案した自励発振を利用した手法は、振動式粘度計として、非常に広範な粘度測定に適応可能であると考えられる。

今回の試作機では、カンチレバーによって振動式粘度計の復元力を作り出したが、上述

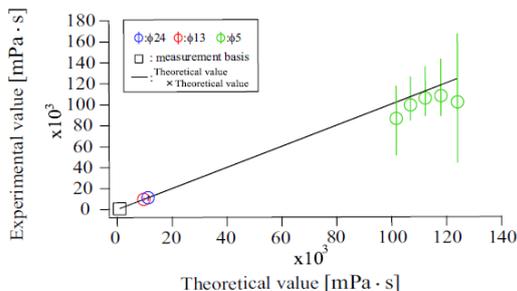


Fig. 10 動粘度測定結果

したように、粘性の大きさにより境界条件が大きく変化し復元特性自体が粘性の影響を受けてしまう。今後、復元力特性が測定対象の粘度の影響を受けないような機構を考案し、さらなる高粘性液体の測定精度向上を目指す。

(3) 今後の展望

本研究課題によって、革新的な粘度測定理論が実証され、MEMS センサ化への技術的課題も克服された。今後は、これらの融合を進め、実用的で、産業界に貢献できる粘度測定技術の開発を進める。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 1 件)

① 黒田 雅治, Fractional Derivatives and Complex Modes of Vibration, Proc. ASME IDETC/CIE, 査読有り, DETC2009-86933, 2009, pp. 1-8.

<http://dx.doi.org/10.1115/DETC2009-86933>

[学会発表] (計 10 件)

① 山本 泰之, 松本 壮平, 藪野 浩司, 黒田 雅治, 藤井 賢一, 山本 智子, MEMS 技術を利用した小型粘性センサの開発, 日本熱物性シンポジウム, 2011 年 11 月 21 日, 慶應義塾大学(神奈川県)

② 山本 泰之, 山本 智子, 松本 壮平, 藪野 浩司, 黒田 雅治, 藤井 賢一, 二重渦巻き形状の MEMS 粘度センサの開発, マイクロ・ナノ工学シンポジウム, 2011 年 9 月 26 日, タワーホール船橋(東京都).

③ 山本 泰之, 松本 壮平, 藪野 浩司, 黒田 雅治, 藤井 賢一, ダブルスパイラル形状を有する粘度センサの開発, 応用物理学会秋季大会, 2011 年 8 月 30 日, 山形大学(山形県).

④ 山本 泰之, η -MEMS: Micro Viscosity Sensor, 仙台国際フォーラム/MEMS パークコンソーシアム(招待講演), 2010 年 12 月 10 日, 仙台サンプラザ(宮城県).

⑤ 山本 泰之, MEMS 粘性センサ(η -MEMS)の開発, 日本機械学会第 2 回マイクロ・ナノ工学シンポジウム, 2010 年 10 月 14 日, くにびきメッセ(島根県).

⑥ 山本 泰之, 粘性センサー(η -MEMS)の開発状況と粘度標準の新しい取り組み, 日本熱物性学会(招待講演), 2010 年 9 月 28 日, キャンパスイノベーションセンター(東京都).

⑦ 青野 和彦, 藪野 浩司, 黒田 雅治, 自励発振を用いた粘度計の提案, 日本機械学会 D&D コンファレンス, 2010 年 9 月 16

日,同志社大学(京都府).

- ⑧ 黒田 雅治, THE FRACTIONAL DERIVATIVE AS A COMPLEX EIGENVALUE PROBLEM, IUTAM Symposium on Dynamics Modeling and Interaction Control in Virtual and Real Environments, 2010年6月8日, Budapest(Hungary).
- ⑨ 黒田 雅治, 分数階微積分の工学応用, 機械工学における力学系理論の応用に関する研究会, 2010年03月29日, 慶應義塾大学(神奈川県).
- ⑩ 黒田 雅治, Fractional Derivatives and Complex Modes of Vibration, ASME International Design Engineering Conference & Computers and Information in Engineering Conference (IDETC/CIE 2009), 2009年09月01日, San Diego(USA).

[産業財産権]

○出願状況(計8件)

名称:粘弾性測定方法及び粘弾性測定装置
発明者:黒田 雅治, 山本 泰之, 藪野 浩司
権利者:独立行政法人産業技術総合研究所
種類:特許
番号:特願2012-15803
出願年月日:2012/1/27
国内外の別:国内

名称:粘弾性測定方法及び粘弾性測定装置
発明者:黒田 雅治, 山本 泰之, 藪野 浩司
権利者:独立行政法人産業技術総合研究所
種類:特許
番号:特願2012-15802
出願年月日:2012/1/27
国内外の別:国内

名称:線形弾性率の測定方法及び線形弾性率測定装置
発明者:黒田 雅治, 山本 泰之, 藪野 浩司
権利者:独立行政法人産業技術総合研究所
種類:特許
番号:特願2012-15801
出願年月日:2012/1/27
国内外の別:国内

名称:粘度の測定方法
発明者:黒田 雅治, 藪野 浩司, 青野 和彦
権利者:独立行政法人産業技術総合研究所
種類:PCT出願
番号:PCT/JP2011/000039
出願年月日:2011/01/07
国内外の別:外国

名称:粘度計
発明者:山本 泰之, 松本 壮平
権利者:独立行政法人産業技術総合研究所

種類:特許
番号:特願2010-289256
取得年月日:2010/12/27
国内外の別:国内

名称:粘度計
発明者:山本 泰之, 松本 壮平
権利者:独立行政法人産業技術総合研究所
種類:特許
番号:特願2010-289213
出願年月日:2010/12/27
国内外の別:国内

名称:回転軸保持機構
発明者:山本 泰之, 菜嶋 健司
権利者:独立行政法人産業技術総合研究所
種類:特許
番号:特願2010-286838
出願年月日:2010/12/24
国内外の別:国内

名称:粘度の測定方法
発明者:黒田 雅治, 藪野 浩司, 青野 和彦
権利者:独立行政法人産業技術総合研究所・慶應義塾大学
種類:特許
番号:特願2010-8402
出願年月日:2010/01/18
国内外の別:国内

6. 研究組織

(1) 研究代表者

藤井 賢一 (Fujii Kenichi)
独立行政法人産業技術総合研究所・計測標準
研究部門・研究室付
研究者番号:50357901

(2) 研究分担者

松本 壮平 (Matsumoto Sohei)
独立行政法人産業技術総合研究所・集積マイ
クロシステム研究センター・研究チーム長
研究者番号:70358050

藪野 浩司 (Yabuno Hiroshi)
慶應義塾大学・理工学部・教授
研究者番号:60241791

黒田 雅治 (Kuroda Masaharu)
独立行政法人産業技術総合研究所・ナノシス
テム研究部門・主任研究員
研究者番号:60344222

山本 泰之 (Yamamoto Yasuyuki)
独立行政法人産業技術総合研究所・計測標準
研究部門・研究員
研究者番号:00398637