

平成 30 年 6 月 22 日現在

機関番号：82626

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2014～2017

課題番号：26289051

研究課題名(和文) マイクロレオロジーセンサーで切り拓くインライン粘弾性モニタリングの新展開

研究課題名(英文) Development of inline viscoelasticity monitoring sensor

研究代表者

山本 泰之 (Yamamoto, Yasuyuki)

国立研究開発法人産業技術総合研究所・計量標準総合センター・主任研究員

研究者番号：00398637

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 12,100,000円

研究成果の概要(和文)：MEMS技術を応用したレオロジーセンサーを開発した。開発したレオロジーセンサーはうずまき状の振動子を有しており、チップ全体を液体に没入させて粘弾性を測定する。開発したセンサーを振動試験したところ、15Gの振動下でも壊れることなく、5Gの振動下でも測定可能であった。このことはエンジンなどの振動する機器へ、本センサーを内蔵する用途への適用性が十分に高いことを示している。

研究成果の概要(英文)：We developed a rheology sensor applying MEMS ((Micro Electro Mechanical Systems) technology. The developed rheology sensor has two spiral vibrators and measures the viscoelasticity by immersing the whole chip in the liquid. In the vibration test, the developed sensor was measurable even under vibration of 5 G. Furthermore, the developed sensor did not break even under 15 G vibration. This indicates that the sensor has adequate applicability to vibrating equipment such as engines for applications incorporating it.

研究分野：熱工学

キーワード：レオロジー 粘弾性 粘度 センサー MEMS インライン

1. 研究開始当初の背景

レオロジー(粘弾性)とは、液体にせん断変形を与えたときに、通常の液体で見られるような「粘性」だけでなく、「弾性」も同時に示す性質のことをいう。水などの単純な分子構造の液体は「粘性」しか示さないが、高分子ポリマーなどの複雑な構造の分子が液体に含まれると、分子の変形や分子間の相互作用などが影響して「弾性」が現れる。そのため液体の粘弾性を測定することで、液体分子の力学的性質や相互作用に関する貴重な情報を得ることができる。医薬品や化粧品、食品などの産業分野では、レオメータという高価な測定器を多数揃えて高頻度に測定されている。しかし、価格や操作の難しさなどが問題となっており、低コストで簡便なレオメータの登場が待ち望まれてきた。

2. 研究の目的

本研究の目的は MEMS(Micro Electro Mechanical Systems)技術を用いて超小型のレオロジーセンサーを開発することで、レオメータの大幅な低コスト化と、小型化によるインライン化、機器への内蔵化などを実現することである。

3. 研究の方法

従来のレオメータでは、液体に均一なせん断変形を与えるため、共軸二重円筒やコーン・プレートなどの回転振動子が用いられてきた。しかし回転円筒やコーン・プレートは MEMS 化が難しい上に、単純に小型化すると表面積が縮小して粘性応力が小さくなり測定が成り立たなくなる。そこで、MEMS 化に適した振動子の形状として、二重渦巻き形状を提案し、粘度センサーとして開発を進めてきた(図 1)。渦巻き状の振動子は、中央に埋め込まれた磁石に上下方向の磁力をかけることでタケノコばねのように変形し、ギャップ中の液体にせん断変形を与える。さらにせん断変形を一定にするために、変形量の分布に合わせて溝の幅を変化させる、すなわち渦巻き

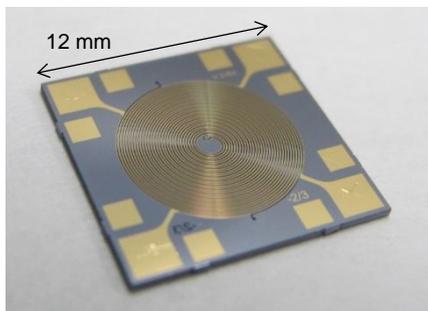


図 1 従来の MEMS 粘度センサ。幅 $40\mu\text{m}$ の貫通溝で渦巻き振動子が形成されている。中央の磁石に外部磁場から上下方向に力を与えて変形させ、ギャップ中の液体にせん断変形を与え粘度を測定する。

の中央付近では溝を広く、周辺部では狭くすればよいことを見出した。このアイデアにより粘度センサーをレオロジー測定に応用できる可能性が広がった。

4. 研究成果

(1) レオロジー測定に適したうずまき形状の理論的検討

従来の粘度センサーで用いていたうずまき構造は、溝の幅が一定であったためせん断変形が場所によって異なっていた。せん断変形を一定にするために溝の幅を変化させたうずまきを考案したものの、そのままではうずまきがうねりを持ったように変形し、壁面が垂直以外の方向にも動いてしまうという問題があった。そこで構造力学シミュレーションによって、うずまきのうねりの原因を特定し、うずまきの根元付近の構造を、ある特定の形状にすることで、うねりを解消できることを見出した。さらに理論的に解析解の導出に成功し、シミュレーションによる試行錯誤を経ずに最適解を導出できるようになった。

(2) 微量サンプルへの適用性の検証

レオロジー分野では、サンプルが貴重で少量しか得られない場合も多く、微量サンプルの測定ニーズが少なからずある。そこで開発中のレオロジーセンサーは、どの程度の微量サンプルまで適用可能か、検証実験を行った。現状のレオロジーセンサーはピーカーなどに入れた液体に投入するスタイルとなっているが、測定に必要な空間はセンサーの上下のわずかな空間だけで十分あるため、もっと少ないサンプル量でも測定できるはずである。チップの上下に遮蔽板を設置し、センサーから遮蔽板までの距離と、測定値への影響の関係を実験的に検証した。結果として遮蔽板とチップの距離を 2mm 以上離せば、振動現象にほとんど影響がないことが判明した。この場合、最小サンプル量は $250\mu\text{L}$ であり、少量のサンプルでの測定が可能であることが示された。

(3) ひずみゲージブリッジの集積化

これまでのレオロジーセンサーでは、うずまき振動子の変位を検出するためのひずみゲージは、変位を検出するゲージがうずまき上にあり、ホイートストンブリッジを構成する他の 3 つの抵抗は測定回路側にあった。そのため、センサーと測定回路に温度差が生じると、ブリッジのバランスが崩れ、そのたびにバランス調整が必要となっていた。内蔵化用途などでセンサーを用いる場合、細かなブリッジの調整は出来ないことから、温度変化があってもブリッジのバランスが崩れない方法の検討が必要であった。そこで、ホイートストンブリッジを構成する 4 つの抵抗を

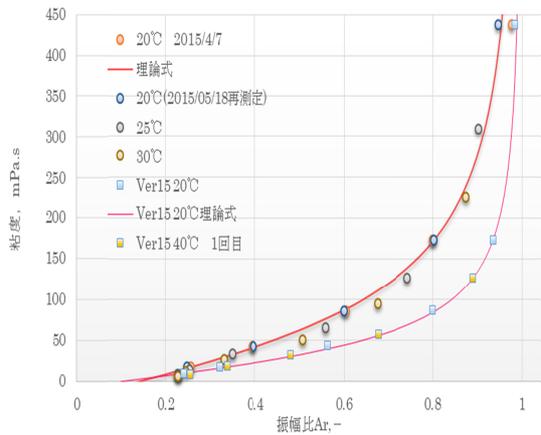


図2 ひずみゲージを内蔵したレオロジーセンサー(Ver15)の校正曲線. 20 と 40 の点()が同じ校正曲線に乗るようになった.

すべてチップ上に集積化してしまうことで、温度変化がどの抵抗体にも等しく生じるようにすることで、ブリッジのバランスが崩れないセンサーを製作することに成功した. このチップを用いた検証実験では、図2のように 20 で測定したセンサー定数と 40 で測定したセンサー定数が一致し、温度変化に影響を受けないことを実証した.

(4)精密温度制御槽を用いた測定精度の評価

液体のレオロジー性質は温度によって大きく変化する. 例えば液体の粘度は、常温域では 1 の変化で -3 ~ 10% の変化が生じる. そのため、レオロジー性質の評価や、測定器の評価には温度の制御が不可欠である. レオロジーセンサーの評価に当たって、これまでは 0.1 程度の温度安定性の恒温槽を用いていたが不十分であるため、温度安定性 $\pm 1\text{mK}$ 、長期の安定性を含めた不確かさで 3mK 以下の精密温槽と、標準白金抵抗測温体を準備し、レオロジーセンサーの測定精度の評価を行った. 4 種類の液体の校正値とレオロジーセンサーでの測定値の偏差は $\pm 0.7\%$ 以内であり、高い精度を持つことが明らかとなった.

(5)温度センサーの内蔵化

前節で示した通りレオロジー性質は温度に敏感であるため、その管理が重要である. しかし実際の使用現場では、動作環境の温度と、液温が異なる場合が多く、センサーの内部にも温度分布が生じることが想定される. この場合、センサーで測定している液体の温度を、センサーのすぐそばで測定する必要がある. 温度センサーとしてはチップ型などの小型のものがあり、ホルダーに内蔵することも考えられるが、センサーチップ本体に温度センサーを内蔵してしまう方が、測定部位からの距離が近く、温度差が少なく、正確な温度評価が可能である. そこで、粘度センサー本体への温度センサーの集積化を試みた. 図3のように、変位測定のためのひずみゲージと同じ金属膜で抵抗体のパターンを形成し、

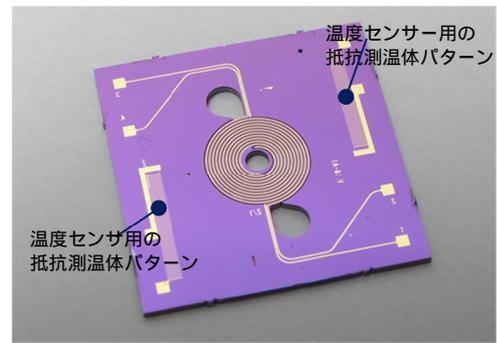


図3 裏面側に温度センサー用のパターンを形成したレオロジーセンサー.

その抵抗値が温度によって変化することで温度を測定できるようにした. 実験の結果、温度と抵抗値は非常によい線形性を示し、高精度な抵抗測定が可能な場合には 0.03 以下の分解能で温度を測定可能であることを示した.

(6)劣化エンジン油の測定

実用段階で想定される試料として、劣化エンジン油の測定可能性について評価を行った. 走行距離 5000km 程度を経過した自動車用エンジン油の劣化油と、同品種の新油を用い、開発中のレオロジーセンサーを劣化油に直接投入し、試料瓶ごと温調することで測定した. 図4のように、新油の品種ごとの粘度の違いと、劣化油の品種ごとの変化を明確に測定できることが明らかになった. このことから、エンジン油の劣化の程度をモニタリングする用途に開発中のレオロジーセンサーを応用できる可能性が高まった.

(7)振動試験

レオロジーセンサーを機器への内蔵や、イ

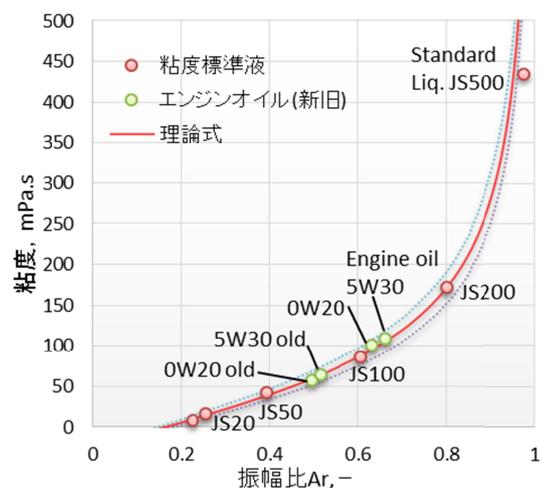


図4 劣化エンジン油の測定結果. 横軸はセンサーの振幅比の測定値. 縦軸は回転粘度計での粘度の測定値. 赤線は理論推定線で、点線は $\pm 10\%$ のライン. 5W30 はスポーツカー用, 0W20 は普通車用のエンジンオイル. 新油, 劣化油ともに標準液で校正したラインに乗っている.

ンラインへの組み込みなどの用途に適用しようとした場合、実験室のような静かな環境ではなく、振動が多い環境に設置されることも想定される。また、うずまき上の振動子は振動に弱く、すぐに破壊されてしまうのではないかという先入観もあった。そこで、振動試験器を用いて強制的に加振して、測定機能と、破壊の評価を行った。詳細はここでは述べられないが、特筆すべき成果としては、20Hz～1000Hzの周波数範囲で最大15Gものランダム振動を与える実験でも、センサーが破壊されなかったことである。15Gとなると状況によっては固定するネジの方が破壊されるような振動である。それでもうずまき状の振動子が破壊されなかったことは驚きであり、喜ばしい成果である。うずまき上の振動子は柔軟で動きやすいが、軽く、なおかつ液体中に存在するため、振動の影響を受けにくいとめと考えられる。壊れないばかりか測定機能も15Gの振動下でも保たれていたが、測定値が20%程度大きめにずれる現象が見られた。測定値も振動がない状態と同じ値を示す範囲としては5G程度以下であるようである。逆に設置方法の工夫などで、センサーに振動が伝わらないようにして、5G以下となるようにすれば、振動のある機器でも内蔵用途に応用できることになる。振動に対する耐性が明らかになったことは、開発中のセンサーの実用性の面で大きな飛躍が得られたと考えている。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 1 件)

Higashino, K., Yabuno, H., Aono, K., Yamamoto, Y. and Kuroda, M., “Self-Excited Vibrational Cantilever-Type Viscometer Driven by Piezo-Actuator”, Journal of Vibration and Acoustics, 137(6), 061009 (6 pages)(VIB-15-1011;doi:10.1115/1.4030975), 2015.

〔学会発表〕(計 5 件)

1. 山本泰之, 松本壮平, 藪野浩司, 黒田雅治, 山本智子, チェスチョル, “名刺サイズのMEMS粘性センサー用制御回路の開発”, 第51回日本伝熱シンポジウム, D211, 2014.
2. 山本泰之, 松本壮平, 藪野浩司, 黒田雅治, 山本智子, “微小量サンプル用MEMS粘度センサーの開発”, 第62回レオロジー討論会 3A04, p.250, 2014.
3. 山本泰之, 松本壮平, 藪野浩司, 黒田雅治, 山本智子, “PCに直接接続して簡便に粘性測定が可能な粘性MEMSセンサーシステムの開発”, 第35回日本熱物性シンポジウム D113, p.130, 2014.
4. 山本泰之, 松本壮平, 藪野浩司, 黒田雅治,

山本智子, “MEMS粘性センサーの粘度測定性能の評価” 第36回日本熱物性シンポジウム, p. 261, 2015.

5. 【招待講演】山本泰之, 松本壮平, “実用化まであと少し！指先にもる超小型粘度センサーの開発” 化学工学会第48回秋季大会, 2015.

〔図書〕(計 1 件)

【紹介記事】山本泰之, 松本壮平, “MEMS技術を用いた超小型粘性センサー”, 計測と制御, Vol.54 No.05, 2015.

〔産業財産権〕

出願状況(計 2 件)

2017年11月に2件出願。共同研究による共同出願であり公開前なので詳細は秘匿。

6. 研究組織

(1) 研究代表者

山本 泰之 (YAMAMOTO, Yasuyuki)
産業技術総合研究所・工学計測研究部門・主任研究員
研究者番号: 00398637

(2) 研究分担者

松本 壮平 (MATSUMOTO, Sohei)
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・副センター長
研究者番号: 70358050

藪野 浩司 (YABUNO, Hiroshi)
筑波大学・システム情報系・教授
研究者番号: 60241791

黒田 雅治 (KURODA, Masaharu)
兵庫県立大学・大学院工学研究科・教授
研究者番号: 60344222