

電磁誘導原理を用いた粘度計測機能付き自動合成装置の開発

山本 和男 吉田 博史 早川 恭弘 神崎 吉男*¹

A development of an auto-synthetic device
completed with a viscometer using a magnetic coil

Kazuo YAMAMOTO, Hiroshi YOSHIDA, and Yasuhiro HAYAKAWA, Yoshio KANZAKI

This paper presents an auto-synthetic device with a viscometer using a magnetic coil. Existing auto-synthetic device does not have a mechanism to gather viscosity data, the viscosity data of materials for several researches and developments cannot be obtained with synthesizing the materials. A half-auto-synthetic device with a viscometer using a powerful magnetic stirrers churning system had been developed experimentally, and the behavior had been tested.

As a result, we confirmed that the data obtained by means of the device is effective, the flow in the container of the device could be analyzed to improve the measurement accuracy.

1. はじめに

近年、化学分野において液相合成用の自動合成装置が開発された。これは液体を合成させる工程を自動化した装置で、原料の仕込みから合成反応、後処理までを自動で行う装置である。この装置の開発により、従来、手作業による多くの工程を必要とした化合物合成を自動化できるようになった。

しかし、この液相合成用の自動合成装置には、粘度を測定する機構が設けられておらず、物質の粘度データを合成過程と同時に取得することが困難である。また、既存の回転式粘度計では合成中に粘度データを取得することができない欠点がある。液体の粘度データは研究機関や石油化学分野、塗料・インキ分野など、多くの分野で必要とされており、合成課程と同時に粘度データを取得できる装置の開発が急務とされている。

本研究では、粘度測定機能を装備した自動合成装置の開発を行った。粘度測定機構には、永久磁石を取り付けた回転子と電磁誘導コイルを用いて粘度データを取得する機構を提案している。また、幅広い粘度値に対する測定を可能とするために、3種類の回転子を試作し、問題点の解明や容器内の流れを調査するために3次元流体解析手法を用いて装置内における液体の流れの解析を行っ

た⁽¹⁾。さらに本稿では、攪拌による合成と同時に粘度データの採取を行う機構を試作し、粘度測定を行い問題点の検討も行ったので報告する。

2. 実験システム

2.1 システム概要

試作した半自動合成装置システムについて説明する。図1に外観を示す。装置上部にある冷却・加熱槽に合成させる液体を入れ、装置前部にある温度調節器や回転計などを用いて装置の制御を行い、液体の合成と粘度データの採取を行う。

粘度データの取得方法について説明する。装置上部にある冷却・加熱槽に永久磁石を取り付けた回転子と試料が入った容器をセットする(図2参照)。回転子とは、試料の攪拌や合成、粘度データ採取のために液体中に入れて回転させるものである。図3に例として屈折型の回転子を示す。次に、冷却・加熱槽底外部に設置されているモータを回転させる。モータには永久磁石が取り付けられており、この磁石もモータと同じ速度で回転する。すると、回転子下部に取り付けられている磁石がモータに連結されている磁石の磁力に影響を受け、回転子全体がモータ同様の速度で回転する。ここで、永久磁石による磁力を用いて回転子を回転させることにより、回転子と

*1 ユニケミカル株式会社

外部のモータ軸を連結しない構造になっている。これは、様々な化学物質を自動攪拌する際、それらの液体の入替をしやすくするためである。

回転子には粘度の大小によって回転子の上部が変化するような機構を設け、その変化により粘度を測定する。今回の装置では、永久磁石と電磁誘導コイルを用いて、その測定を行う機構を開発した。回転子に取り付けられ

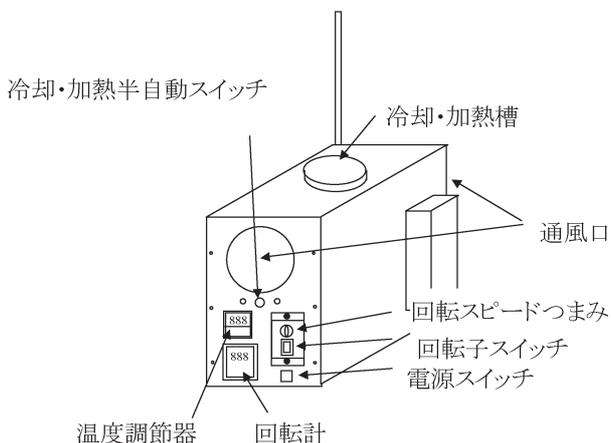


図1 半自動合成装置外観

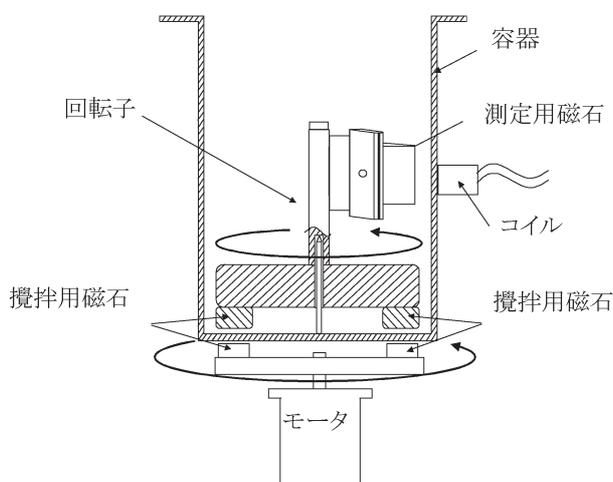


図2 装置断面図

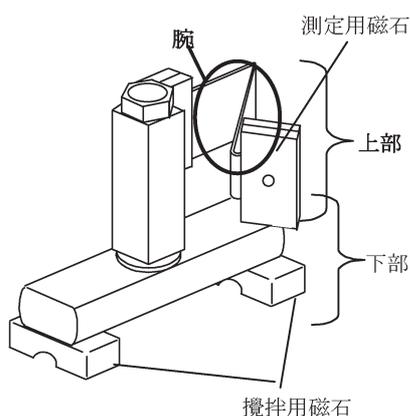


図3 回転子

た測定用の永久磁石と容器の外側に取り付けられたコイルとの相対的な位置により、容器内の液体の粘度をコイルから出力される電流・電圧の出力に関連させる。このとき、コイルの出力、試料の温度、回転数等を半自動合成装置内部のマイコンで制御、処理し、そのデータをRS-232C (Recommended Standard 232 version C) ポートから計算機にリアルタイムで出力する。計算機上での出力データ編集ソフトとしてMicrosoft Excel⁽²⁾⁽³⁾を用いる。

2.2 半自動合成装置の仕様

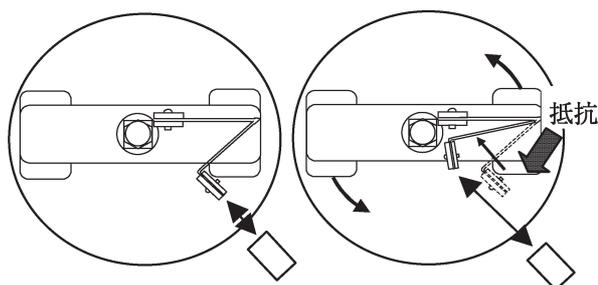
この半自動合成装置の特徴は冷却・加熱槽に磁石の影響を受けないステンレスを用い、回転子が回転する際、磁石と冷却・加熱槽の吸引力で回転軸がぶれないように設計されている。また、半自動合成装置本体の外形寸法はW170×D400×H310mmである。

2.3 回転子

合成装置内に入れ、攪拌作業や粘度測定に使用する回転子について述べる。図3に屈折型回転子を示す。回転子の下部には、モータと非連結で回転できるように永久磁石が2つ取り付けられている。今回試作した回転子の下部部分はすべて同じで、上部を改良し実験を行った。

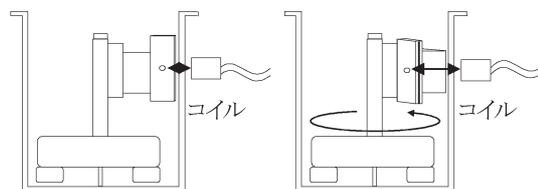
2.4 粘度測定の基本原則

回転子の腕の構造と粘度の関係から、粘度を測定する方法の基本原則を説明する。図3の屈折型転子を例に説明する。2.1項で述べたように、合成装置のモータを回転



(a) 粘性なし (b) 粘性あり

図4 回転子の構造 (上面図)



(a) 粘性なし (b) 粘性あり

図5 回転子の構造 (側面図)

させると、容器内の回転子がモータと同様の速度で回転する。すると、回転子に取り付けられている磁石が、容器外に設置されているコイルの前を通過する。このとき、電磁誘導原理によってコイルに誘導電流が発生する。

回転することにより、容器内の液体の粘性が抵抗となり、回転子上部に抵抗力が加わる。回転子の腕（図3参照）は、バネのような素材になっており、粘性による抵抗で図4(b)のように変形する。この変形により、測定用の磁石の位置に変化が生じる。抵抗力により腕が屈折し、磁石が変形前に比べて内側へ移動する。この移動により、容器外側にあるコイルとの距離にも変化が生じ、この距離の変化に電磁誘導現象も影響され、コイルに流れる誘導電流が小さくなる。また、粘度が大きくなるにつれ、抵抗力が大きくなり、変形量が増え、誘導電流は小さくなる。つまり、粘度が変化すると、コイルに流れる誘導電流の大きさに相対的な変化が生じる。このコイルの端子間電圧の相対的な変化を粘度に関連付けて粘度測定を行った。

2.5 実験試料

今回の粘度測定実験では、試料としてポリエーテル系合成油であるニッサン・ユニループ 75DE-170（以下「低粘度ユニループ」）と、この低粘度ユニループと性質は同じで、粘度の高いニッサン・ユニループ75-DE2620（高粘度ユニループ）を実験試料として用いた。ただし、実験では75-DE2620原液のままでは粘度が高すぎるため、水と混合させ、異なる粘度の液体を精製した。

このユニループは、(1) 粘度指数が非常に高い。(2) 流動点が極めて低い。(3) 不揮発性の物質。(4) 引火点が高い。(5) 化学的に安定。(6) 毒性がない。などの特徴があげられる。

ユニループを用いた理由は、上記の特徴に加え、日本油脂株式会社がこのユニループの粘度値を測定し公表していたため、粘度測定の精度を検証するために適していたからである。

3. 電圧データと粘度データの関係

装置から出力されるデータと粘度値の関係について説明する。装置から計算機に出力されるデータは粘度値ではなく、誘導電圧値を装置内のマイコンで0～1023に対応させた値である（以下、電圧データと呼ぶ）。そのため、電圧から変換された電圧データを粘度値に換算する必要がある。

図6に開発装置により出力された電圧データを示す。縦軸は電圧の0～5Vを0～1023に対応させたデータで

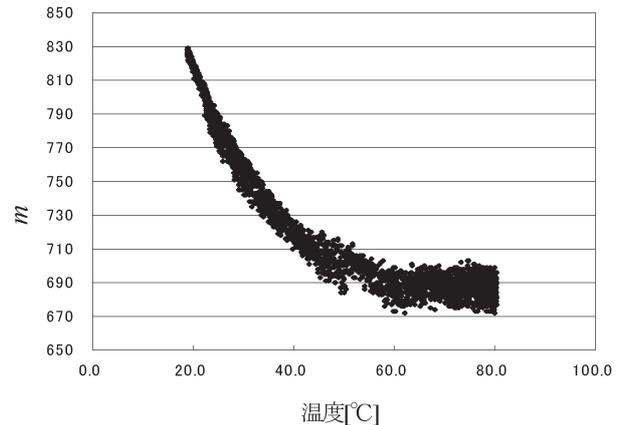


図6 電圧データ

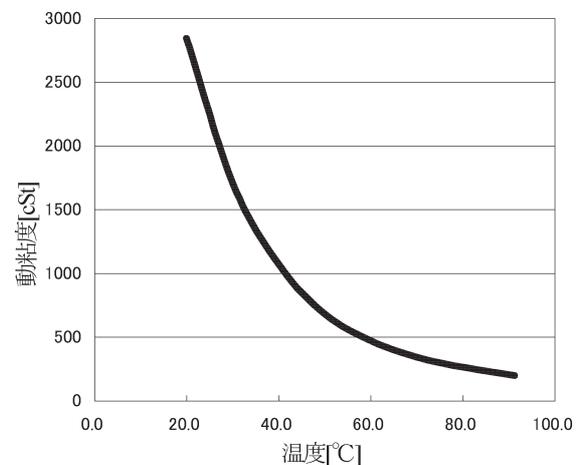


図7 ユニループの粘度値

あり、出力データを m とすると以下の関係が成り立つ。

$$m = 1023 - V \times \frac{1023}{5} \quad (1)$$

実験には低粘度ユニループを用いた。ユニループの正確な粘度値（日本油脂株式会社調べ）を図7に示し、このデータを見比べて、出力データと粘度を関連付ける。

この二つを比較すると、出力データと粘度データとの関係は曲線近似できることがわかる。そこで、以下のような2次式を用いて近似を行う。

$$y = ax^2 + bx + c \quad (2)$$

(y : 粘度データ[cSt], x : 電圧出力データ[V], a, b, c : 定数)

それぞれの回転子において実験を行い、その結果から最小2乗法により近似式を導く。その近似式を用いて、電圧データから粘度を求める。この式の定数をそれぞれの回転子ごとに求めることにより、様々な試料の粘度計測を行うことが可能となる。

4. 粘度測定

3項で説明した関連付けにより近似式を導き、その近

似式を用いて粘度測定を行った。今回、回転子として3つの型を用意した。上記で説明した、腕の部分が途中で屈折している屈折型の回転子と腕の屈折していない直板型の回転子、そして、腕がプラスチック製の回転子である。それぞれの概要と粘度の測定結果について説明する。

4.1 屈折型回転子

4.1.1 概要と原理

屈折型回転子について説明する。この回転子は、腕の部分が途中で大きく折れている。そのため、2.4項で説明したように、粘度により測定用磁石が移動する。原理などについては2.4項で述べた通りである。

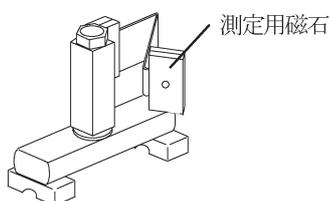


図8 屈折型回転子

4.1.2 粘度測定実験

屈折型の回転子を用いて、粘度測定を行った結果を示す。近似の式は以下の式を用いた。

$$y = 0.124x^2 - 158.4x + 49650.0 \quad (3)$$

測定精度は、回転式粘度計であるB型粘度計と同等の物を目指すため、B型粘度計との比較を行った。B型粘度計を用いて同環境下で測定し、近似した結果も図9にあわせて示す。実験試料には低粘度ユニループを用いた。

図9の測定結果より、温度が高くなると測定値にばらつきが生じた。60℃のあたりまではB型粘度計と同じような値を示しており、比較的良好な結果が得られたが、60℃を超えると値にばらつきが生じ、正しい粘度値を得ることができなかった。これは測定できる粘度範囲が限定されることを示しており、粘度が下がるにつれ、測定精度が悪くなっている。粘度が下がると測定用の回転子が振動し、測定値にばらつきが生じていると考えられる。

振動の原因としては、回転子の構造が原因だと考えられる。回転子の形状が理由で回転子の腕付近で渦が発生し、その渦によって回転子の腕が振動し、粘度データにばらつきが生じた可能性が考えられる。粘度が大きい場合は渦も発生しにくく、渦の影響を受けても、粘度が大きいいため振動しにくい。しかし、粘度が小さい場合は渦の影響を受けやすく、粘度が小さいため振動が大きくなる。腕が振動すると、腕に取り付けられている測定用の永久磁石の位置が安定せず、出力結果も安定しないと考

えられる。また、高粘度な試料を入れた場合、腕が閉じきってしまい、値に変化が起こらなくなり測定できなかった。

実験結果より、屈折型回転子の粘度測定範囲は、1000～2500[cSt]であることがわかった。

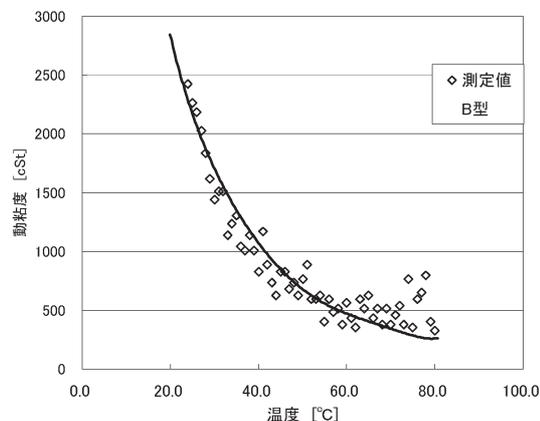


図9 屈折型回転子の測定結果

4.2 直板型回転子

4.2.1 概要と原理

直板型の回転子について説明する。外観図を図10に示す。この回転子は腕の部分が一枚の金属板になっており、途中で屈折などもしていない。素材は屈折型と同じようにバネのような弾力的な素材を用いている。しかし、屈折型の回転子に比べて変化しにくいので、屈折型回転子より高粘度時の測定に適している。

回転子を回転させ粘度が抵抗となり腕に抵抗力が加わると、図11 (b)のように腕が曲がり、磁石が少し内側へ移動する。屈折型に比べ移動量は小さいため、低粘度測定時には、測定用の磁石の位置に変化が起こらず、測定値に変化が見られず測定は不可能となる。

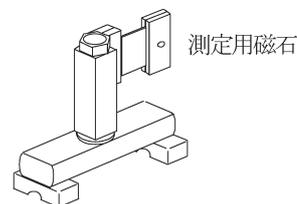


図10 直板型回転子

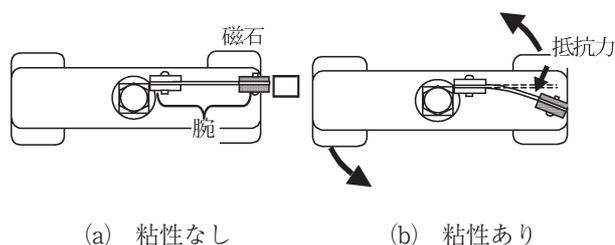
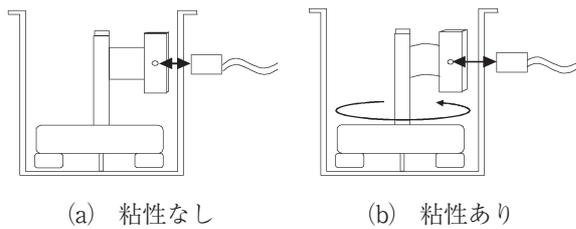


図11 回転子の構造 (上面図)



(a) 粘性なし (b) 粘性あり

図12 回転子の構造(側面図)

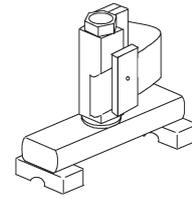


図14 プラスチック型回転子

4.2.2 粘度測定実験

直板型の回転子を用いて粘度測定を行った結果を図13に示す。測定試料には、変化を起こしやすくするため高粘度ユニループを用いた。また、近似の式は以下の式を用いた。

$$y = -0.606x^2 + 1182.0x - 559500.0 \quad (4)$$

図13の測定結果より、測定値はほぼB型粘度計と同じ値を示しており、ばらつきも少なく良好な結果を得ることができた。しかし、70℃以降は数値の変化が平坦になってきており、3000cSt以下の粘度の場合測定精度は悪くなっている。また、非常に高粘度な試料を入れると、回転子に大きな抵抗力がかかり、回転子が脱調してしまい、回転することができなかった。

直板型の回転子の場合も、屈折型と同様にカルマン渦が発生していると考えられるが、直板型の腕が変形しにくいいためあまり影響を受けていないと考えられる。実験結果より、直板型回転子の粘度測定範囲は、2500～13000[cSt]であることがわかった。

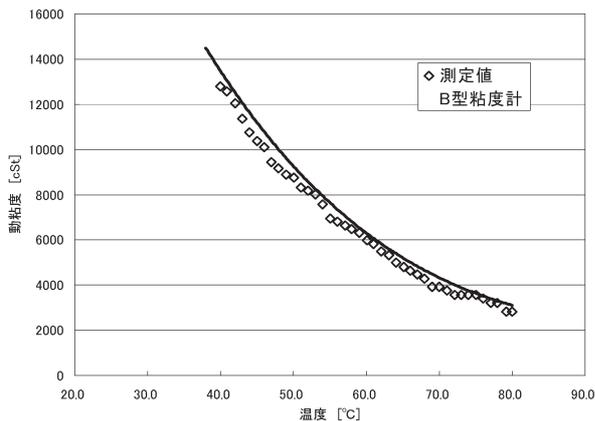
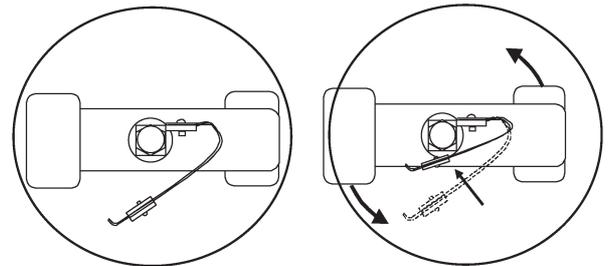


図13 直板型回転子の測定結果

4.3 プラスチック型回転子

4.3.1 概要と原理

プラスチック型の回転子について説明する。外観図は図14に示す。この回転子は腕の部分が上記の二つと違い、プラスチックになっている。形状は屈折型のように大きく曲がっている。屈折型の回転子に比べて変化が大きくまた、可動域も大きくなっている。素材が屈折型よ



(a) 粘性なし (b) 粘性あり

図15 回転子の構造

り柔らかいため、弾性力が弱くなっている。そのため、小さな粘度変化でも磁石の移動が起こりやすい。

4.3.2 粘度測定実験

プラスチック型の回転子を用いて粘度測定を行った結果を図16に示す。測定試料には、屈折型のとおり同じ低粘度ユニループを用いた。また、近似の式は以下の式を用いた。

$$y = 0.012x^2 - 7.874x + 862.7 \quad (5)$$

図16の測定結果より、非常に良好な結果が得られた。屈折型の測定時に比べ、値にばらつきもみられなかった。これは弾性力が弱いため、バネのような振動が起こりにくいということや、磁石の向きが屈折型と違い、流れに対して平行になっているため、渦が屈折型より起こりにくいと考えられる。

比較的良好的な結果が得られたが、素材がプラスチック

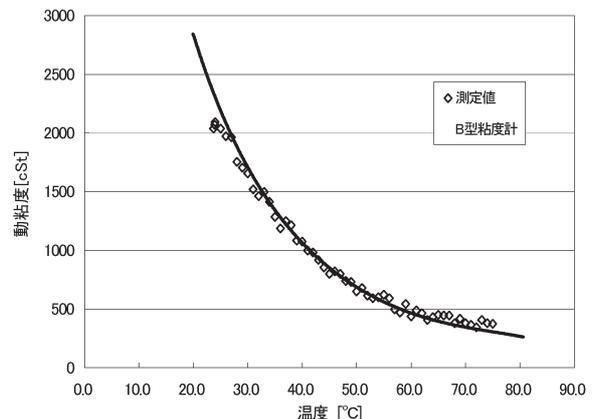


図16 プラスチック型回転子の測定結果

であるため、温度により弾性力が変わり、測定値が不正確になっている可能性がある。そのため高温での測定には、式の補正が必要であり、今後様々な試料、温度での実験が必要である。

実験結果より、プラスチック型回転子の粘度測定範囲は、300～2000[cSt]であることがわかった。

5. 流れ解析による渦の発生と攪拌の様子

粘度測定実験から、回転子の後方で渦が発生し、測定精度が悪化している可能性がある。そこで、容器内での渦の発生状況と容器内で正常に液体が攪拌されていることを確認するために容器内の流れの解析が必要である。そこで3次元熱流体解析手法を用いて容器内の流れの解析を行った。

5.1 屈折型回転子の流れ解析

実際の装置と同様に、円柱型の容器中に回転子を入れ、回転させたときの流れを解析する。容器内には水を充満させ、200rpmで回転子を回転させた状況での解析を行った。

図17は上面からの断面図で、矢印は回転子の測定用磁石上部における液体の流れを示している。解析結果より、図17の上面図での解析結果では大きな渦の確認はできなかったが、図18の側面図では、測定磁石の後流や容器の上下に大きく渦を描いている様子が確認できた。この測定磁石の後方に発生している渦により、磁石が振動し、測定値にばらつきが生じていると考えられる。また、側面図で容器内の上方と下方に発生している渦は、意図的に発生させている渦であり、この渦により上部と下部の液体が正しく攪拌されていることがわかる。

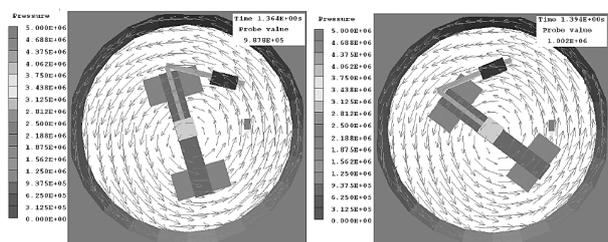


図17 屈折型回転子解析結果 (上面図)

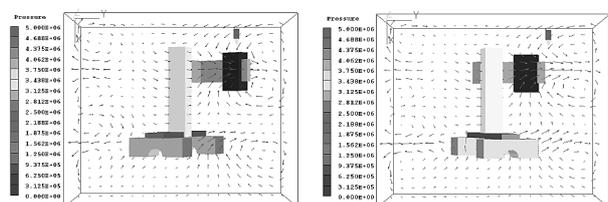


図18 屈折型回転子解析結果 (側面図)

5.2 直板型回転子の流れ解析

屈折型の回転子と同様に直板型回転子で解析を行った。解析条件も屈折型と同じである。直板型においても屈折型と同様に、図20の側面図より、測定磁石の後方に渦が発生しているのを確認した。また、攪拌用の渦の発生も確認することができた。

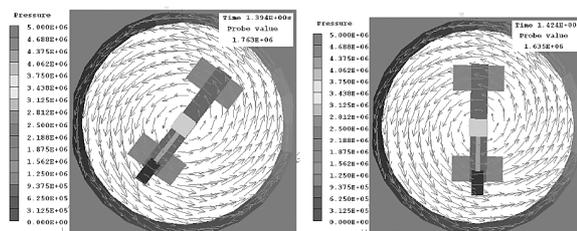


図19 直板型回転子解析結果 (上面図)

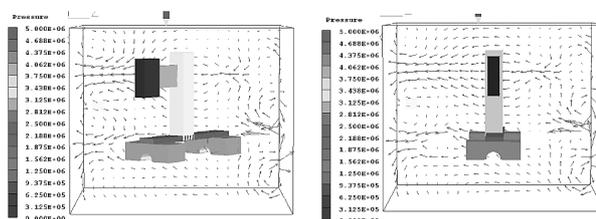


図20 直板型回転子解析結果 (側面図)

5.3 プラスチック型回転子の流れ解析

プラスチック型で解析を行った。解析条件も上記の二つと同じである。図22の側面図より、測定磁石後方に渦は発生したが、屈折型に比べ小さい渦となった。渦が屈折型に比べ小さいため、測定磁石に与える影響が小さく、測定値に生じるばらつきが屈折型に比べて少ないと考えられる。このことから、おなじ屈折タイプでも屈折型よりプラスチック型の形状の方がばらつきが少ないことがわかった。

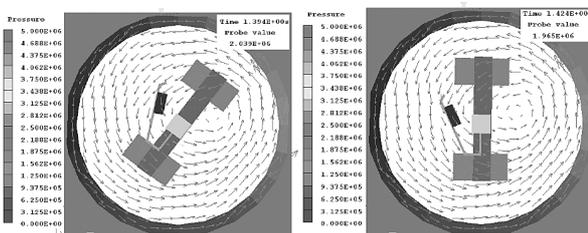


図21 プラスチック型回転子解析結果 (上面図)

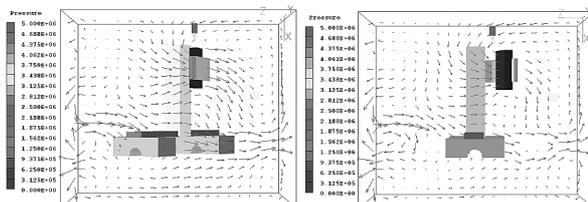


図22 プラスチック型回転子解析結果 (側面図)

6. おわりに

本研究では、粘度測定機能を装備した自動合成装置の開発を行った。粘度測定機構には、永久磁石を取り付けた回転子と電磁誘導コイルを用いて粘度データを取得する機構を提案している。また、幅広い粘度値に対する測定を可能とするために、3種類の回転子を試作し、粘度測定実験を行った。その結果、比較的精度の高い粘度データを取得することができ、液体の攪拌と粘度測定を同時に行うことに成功した。

試作した3種類の回転子を用いることで得られた粘度データは、既存の回転式粘度計と比較しても大きな誤差は生じなかった。しかし、測定結果には多少のばらつきが生じており、ばらつきの原因として攪拌時に発生する回転子後方の渦が影響していると考えられる。そこで、装置内における液体の流れを考察するために、3次元熱

流体解析手法を用いて装置内における液体の流れの解析を行った。解析結果より、測定値のばらつきの原因と考えられる渦の発生状況を確認することができた。また、容器内における液体の流れの解析から正しく攪拌されている様子も確認することができた。今後は、解析結果や実験結果を基に、回転子に用いる素材及び最適な形状について、さらなる検討を行う予定である。

参考文献

- (1)「熱流体解析ソフトウェア PHOENICS 日本語総合マニュアル」, CHAM社 (2001)
- (2)前田智美, 「Excel 2002 はじめてのVBAプログラミング」, 株式会社技術評論社 (2002年)
- (3)松田猛, 「Visual Basic 6.0 300の技」, 技術評論社 (2001年)